

**Untersuchung der Morphologie und
magnetischen Eigenschaften von
ionenstrahl-gesputterten
Eisen-Einzelschichten, Fe/Cr/Fe- und
Fe/MgO/Fe-Schichtsystemen**

Vom Fachbereich Physik
der Universität Duisburg - Essen (Campus Duisburg)
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
genehmigte Dissertation

von

Alexandra Steeb

aus

Enkenbach-Alsenborn

Referent: Prof. Dr. Claus M. Schneider

Korreferent: Prof. Dr. Heiko Wende

Tag der mündlichen Prüfung: 05.04.2007

Kurzzusammenfassung

In dieser Arbeit wird der Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit auf die magnetischen Eigenschaften von ionenstrahlgesputterten Eischichten auf GaAs untersucht. Zur Analyse der Struktur der hergestellten Filme wird Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) und Rastertunnelmikroskopie eingesetzt. Die hier verwendeten Methoden zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften sind Kerr-, SQUID-Magnetometrie und ferromagnetische Resonanz. Es zeigt sich, dass sowohl auf unbehandeltem als auch auf vorgesputtertem und geheiztem GaAs-Substrat die gesputterten Eischichten epitaktisch aufwachsen. Die geringste Rauigkeit von 1\AA zeigen Eischichten auf unbehandeltem GaAs, wahrend Eischichten auf geheiztem GaAs die hochste Rauigkeit von 30\AA aufweisen. Die grote Kristallanisotropiekonstante wird fur das vorgesputtete GaAs/Fe-System bestimmt. Fur diese Preparationsmethode werden zwei Monolagen Eisen als magnetisch tote Lagen ermittelt. Bei einer Schichtdicke von 100\AA wird 83% der Sattigungsmagnetisierung von Volumeneisen erreicht. Die kleinen beobachteten FMR-Linienbreiten sprechen fur die guten Volumeneigenschaften des ionenstrahlgesputterten Eisens.

Weiterhin wird eine antiferromagnetische Zwischenschichtaustauschkopplung bei gesputterten Fe/Cr/Fe-Schichten erzielt. Fur eine Chromzwischenschicht von 12 bis 17\AA wird eine Kopplungsstarke bis zu $0,2\text{mJ/m}^2$ gefunden. Um die geringe Kopplungsstarke zu erklaren, wird eine starke Durchmischung an den Grenzflachen postuliert.

Schlielich werden Fe/MgO/Fe/FeMn-Schichten auf GaAs deponiert. Nach der Strukturierung konnen an den Tunnelkontakten in Strom-Spannungsmessungen Tunnelprozesse nachgewiesen werden. Die ermittelten Tunnelmagnetowiderstandswerte sind mit 2% niedrig, was mit dem Fehlen scharfer, definierter Grenzflachen sowohl an der Fe/FeMn- als auch an den Fe/MgO-Grenzflachen erklart werden kann.

Diese Resultate zeigen, dass man analog zur MBE beim Ionenstrahlsputterverfahren gute magnetische Volumeneigenschaften an Einzelfilmen erzielen kann. Jedoch werden grenzflachensensitive Phanomene aufgrund starker Durchmischung an den Grenzflachen geschwacht.

Abstract

In this PhD Thesis, the influence of the surface topography, morphology and structure on magnetic properties of ion beam sputtered iron layers on GaAs is examined. To analyze the structure of the produced iron films, low energy electron diffraction and scanning tunneling microscopy is employed. The utilized methods to investigate the magnetic properties are Kerr- and SQUID- magnetometry and ferromagnetic resonance. It is demonstrated that on untreated as well as on pre-sputtered and heated GaAs substrates the sputtered iron films grow epitaxially. The least surface roughness of 1\AA exhibit iron films grown on untreated GaAs, while iron films on heated GaAs have the highest roughness of 30\AA . The largest crystal anisotropy constant is found for the presputtered GaAs/Fe - System. For this preparation method, two monolayers of iron are determined to be magnetically dead layers. At a film thickness of 100\AA , 83% of the value for saturation magnetization of bulk iron are achieved. The small observed FMR-linewidths confirm the good bulk properties of the ion beam sputtered iron.

Furthermore, an antiferromagnetic interlayer exchange coupling in sputtered Fe/Cr/Fe - films was achieved. For a thickness of 12 to 17\AA of the chrome interlayer, a coupling strength up to 0.2mJ/m^2 is found. To account for the small coupling strength, a strong intermixing at the interface is assumed.

Finally, epitaxial Fe/MgO/Fe/FeMn multilayers are deposited on GaAs. After the structuring, it is possible to detect tunneling processes in the tunneling contacts with current-voltage measurements. The tunnel magneto resistance values of 2% are small, which can be explained by the absence of sharp, well-defined interfaces between the Fe/FeMn and the Fe/MgO interfaces.

These results demonstrate, that analog to MBE the ion beam sputtering method realizes good magnetic bulk properties. However, interface sensitive phenomena are weakened because of a strong intermixing at the interfaces.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
2	Physikalische Effekte	11
2.1	Wachstumsmoden	11
2.2	Ferromagnetismus in dünnen Schichten	12
2.3	Die Austauschverschiebung	17
2.4	Zwischenschichtaustauschkopplung	18
2.5	Der quantenmechanische Tunneleffekt	22
2.6	Tunnelmagnetowiderstandseffekt	26
3	Experimentelle Grundlagen	31
3.1	Methode zur Probenpräparation	31
3.1.1	Sputterprozess	31
3.1.2	Herkömmliche Sputterverfahren	33
3.1.3	Ionenstrahlspattern (IBS)	34
	Ionenstrahlsputteranlage	35
3.2	Methoden zur strukturellen und chemischen Charakterisierung . .	37
3.2.1	Beugung niederenergetischer Elektronen LEED	37
3.2.2	Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie XPS	39
3.2.3	Rastertunnelmikroskopie STM	40
3.3	Methoden zur magnetischen Charakterisierung	43
3.3.1	Magneto-optischer Kerr Effekt MOKE	43
3.3.2	SQUID-Magnetometrie	46
3.3.3	Ferromagnetische Resonanz FMR	48

4	Ergebnisse	53
4.1	Substratpräparation	54
4.2	Eisen auf GaAs Substrat	61
4.2.1	Morphologie der 100Å dicken Eisenfilme	61
4.2.2	Magnetische Eigenschaften der 100Å dünnen Eisenfilme . .	64
4.2.3	Schichtdickenvariation der Eisenfilme	66
4.3	Antiferromagnetische Zwischenschichtaustauschkopplung an ge- sputterten Fe/Cr/Fe-Systemen	79
4.4	Magnetische Tunnelkontakte Fe/MgO/Fe	84
4.4.1	Morphologie des gesputterten Dreilagenschichtstapels Fe/MgO/Fe	85
4.4.2	Magnetische Eigenschaften des Schichtsystems	88
4.4.3	Transportmessungen an Fe/MgO/Fe	90
5	Diskussion der Ergebnisse	93
6	Zusammenfassung	95

1 Einleitung

Die heutige Informationstechnologie ist ohne magnetische Speichertechniken nicht mehr vorstellbar. Immer mehr Speicherkapazität wird auf immer weniger Fläche untergebracht. Zu dieser Entwicklung hat sowohl der Fortschritt in der Dünnschichtfabrikation der magnetischen Speicherschichten beigetragen, als auch die Entwicklung der Leseköpfe, die mittlerweile ebenfalls aus dünnen magnetischen Schichten bestehen. Anfangs basierten die Sensoren auf dem anisotropen Magnetowiderstand (AMR), kurz nach der Entdeckung des Riesenmagnetowiderstands (GMR) durch Grünberg [1] und Fert [2] wurde dieser Effekt als Sensor in die Leseköpfe implementiert. Im Zuge dieser Weiterentwicklung wurden viele Materialkombinationen ausprobiert, um den GMR zu vergrößern und auch der Tunnelmagnetowiderstandseffekt (TMR) wurde für die Anwendung wieder entdeckt.

Zur Herstellung solcher magnetisch dünner Schichten gibt es eine Vielzahl unterschiedlicher Beschichtungsmethoden. In der Grundlagenforschung werden die Schichten meist mit Molekularstrahlepitaxie (engl.: Molecular Beam Epitaxy MBE) hergestellt, die ein sehr kontrolliertes Wachstum mit guter Oberflächen- und Grenzflächenmorphologie ermöglicht. In der Industrie findet die MBE-Deposition ihre Anwendung nur im Bereich der Halbleitertechnologie, da diese Ultrahochvakuumtechnik (UHV) benötigt. Ansonsten wird das Sputterverfahren bevorzugt genutzt, da es eine großflächige, homogene Beschichtung großer Substrate mit hohen Beschichtungsraten ermöglicht.

In magnetischen Dünnschichtsystemen, bei denen die oben genannten Effekte beobachtet werden können, weicht häufig das magnetische Verhalten stark von den Volumeneigenschaften ab. Ein Beispiel ist die an Fe/Cr/Fe-Schichten entdeckte Zwischenschichtaustauschkopplung [3]. Das Auftreten und die Details der Phäno-

mene hängen stark von der morphologischen Beschaffenheit der Oberflächen bzw. Grenzflächen und der kristallinen Struktur der Filme ab. Die Morphologie wird maßgeblich durch die kinetischen Vorgänge während des Schichtwachstums beeinflusst. Bei der MBE erreichen die Teilchen die Oberfläche mit thermischen Energien (0,2 eV bzw. 2200K), während beim Sputterprozess die kinetischen Energien der Teilchen eine breite Verteilung im Bereich von 1-30eV aufweisen. Entsprechend unterschiedlich können die sich ausbildenden Oberflächenbeschaffenheiten und daraus resultierenden magnetischen Eigenschaften sein. Hier setzt die vorliegende Arbeit an. Während der Einfluss der Morphologie auf die magnetischen Eigenschaften von dünnen einkristallinen mittels MBE hergestellten Filmen intensiv untersucht [4] wurde, fehlen an gesputterten Filmen noch Erkenntnisse, sowohl zum weit verbreiteten Standardverfahren des Magnetronsputterns als auch zum Ionenstrahlputtern (engl.: Ion Beam Sputtering IBS). Das Magnetronsputtern wird industriell breit eingesetzt, z.B. zur Herstellung von Festplatten und Leseköpfen und ermöglicht qualitativ hochwertige Bauteile. Es drängt sich die Frage auf, ob das Ionenstrahlputtern aufgrund seiner hohen Flexibilität bei der Wahl der Sputterparameter im Vergleich zum Magnetronsputtern nutzbare Vorteile bietet. Die vorliegende Arbeit konzentriert sich auf das Ionenstrahlputtern. Die Daten des epitaktischen Wachstums durch IBS werden mit MBE-Daten und magnetrongesputterten Daten aus der Literatur verglichen, die dort in großer Zahl vorhanden sind.

Der erste Teil der Arbeit beschäftigt sich mit dem Einfluss der Topographie des Substrates auf das epitaktische Wachstum von Eisen auf GaAs. Zur Untersuchung der Struktur dient Beugung niederenergetischer Elektronen. Die Oberflächenmorphologie der Proben wird mit Rastertunnelmikroskopie analysiert. Kerr- und SQUID-Magnetometrie dienen zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften. Aus winkelabhängigen ferromagnetischen Resonanzexperimenten können sowohl die volumenempfindliche Größe der kubischen Anisotropie, als auch die grenzflächensensitive, uniaxiale Anisotropie ermittelt werden. Röntgenphotoemissionsspektren liefern Erkenntnisse über die chemische Zusammensetzung der gesputterten Eisenschichten. Es wird sich zeigen, dass Eisenschichten mit guten Volumeneigenschaften, d.h. Eigenschaften, die denen des Volumen-Eisens ent-

sprechen, hergestellt werden können.

Zur Untersuchung der Grenzflächenqualität werden Fe/Cr/Fe-Dreilagensysteme hergestellt und charakterisiert. Für eine starke Kopplung, wie sie bei mittels MBE deponierten Schichten gefunden wird [5], ist eine glatte, klar definierte Grenzfläche notwendig. Es wird sich zeigen, dass eine Kopplung an den gesputterten Schichten gefunden wird, die aber aufgrund der Durchmischung an der Grenzfläche eine geringe Stärke aufweist.

Als weiteres Phänomen, das sensibel von der Grenzflächenbeschaffenheit abhängt, wird im dritten Teil der Tunnelmagnetowiderstand, an epitaktischen Fe/MgO/Fe-Systemen, untersucht. Mit einem maximalen Wert von 2% bleiben die ionenstrahlgesputterten Tunnelkontakte deutlich unter den Rekordwerten von über 200%, die an MBE-gewachsenen [6] und magnetrongesputterten [7],[8] Proben gemessen wurden. Es wird sich zeigen, dass an ionenstrahlgesputterten Schichten der Einfluss der nicht scharf definierten Grenzflächen Fe/MgO den TMR stark schwächt. Der TMR wird zusätzlich durch den Exchange-Bias, ein weiteres Grenzflächenphänomen, das an ionenstrahlgesputterten Proben nur geschwächt auftritt, reduziert.

2 Physikalische Effekte

2.1 Wachstumsmoden

Abb.2.1 zeigt schematisch die Topographie einer einkristallinen Oberfläche. Die charakteristischen Größen sind die Terrassen, ihre Längen und die Stufenkanten. Trifft ein Atom auf die kristalline Oberfläche, so wird es sich, bei genügend großer Oberflächenbeweglichkeit, energetisch besonders günstige Lagen wie die Stufenkanten aussuchen. Bei geringer Beweglichkeit können sich die Adatome auch auf den Terrassen anlagern und unbewegliche Adatomcluster bilden. Gleichzeitig können sich auch Leerstellen, d.h. fehlende Atome, und deren Cluster bilden, wenn Atome aus der Oberfläche ausgelöst werden, z.B. durch Ioneneinschlag.

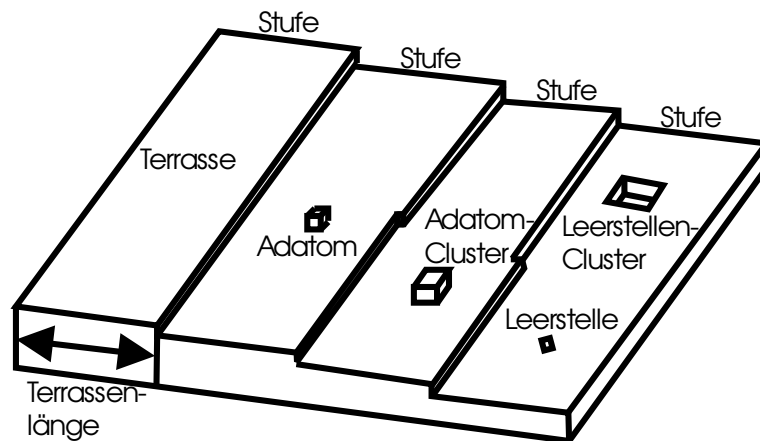


Abb. 2.1: Schematische Darstellung der Elemente der Oberflächenmorphologie nach[9].

Die möglichen Wachstumsmoden für das Wachstum eines Filmes auf einer einkristallinen Oberfläche sind in Abb.2.2 schematisch dargestellt. Wenn das Substrat

und der aufgewachsene Film aus unterschiedlichen Materialien besteht, bezeichnet man das Wachstum als Heteroepitaxie. Die für die Ausbildung der Wachstumsmoden wichtigen Größen sind im thermodynamischen Bild dabei die verschiedenen Ober- und Grenzflächenenergien γ , sowie die Gitterparameter der Materialien. Für den Fall, dass nur die Oberflächenenergien wichtig sind, erwarten wir die beiden Grenzfälle: reines Lagenwachstum (Frank-van der Merwe) für $\gamma_{\text{Schicht}} + \gamma_{\text{Substrat/Schicht}} \leq \gamma_{\text{Substrat}}$ und Inselwachstum (Volmer-Weber) für $\gamma_{\text{Schicht}} + \gamma_{\text{Substrat/Schicht}} > \gamma_{\text{Substrat}}$. Dabei müssen die Oberflächenenergien der betrachteten kristallographischen Orientierungen und die Grenzflächenenergie verwendet werden. Passen die Gitterparameter von Schicht und Substrat nicht genau, so muss sich die Schicht an das Substrat anpassen, dies geht aber auf Kosten der zusätzlichen Verzerrungsenergie. Mit wachsender Schichtdicke wird diese Energie so groß, dass das Wachstum nach einigen Monolagen zu Inselwachstum umschlagen kann (Stranski-Krastanov)[9].

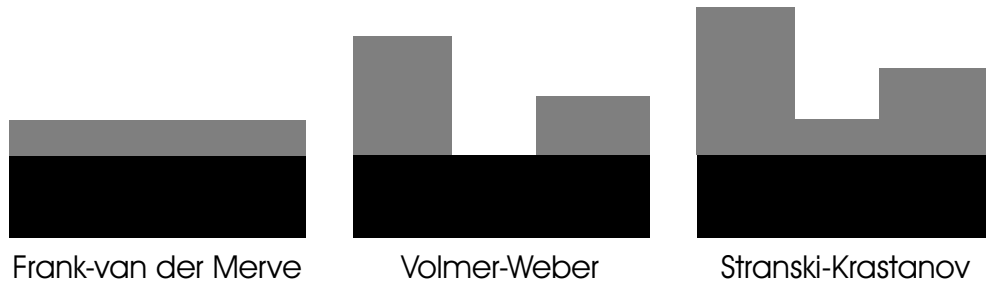


Abb. 2.2: Wachstumsmoden der Heteroepitaxie [9].

2.2 Ferromagnetismus in dünnen Schichten

Für ferromagnetische Materialien ist es charakteristisch, dass sie ohne äußeres Magnetfeld eine Magnetisierung aufweisen. Für eine solche spontane Magnetisierung müssen die magnetischen Momente der Atome über die Austauschwechselwirkung langreichweitig geordnet sein [10].

Der Ferromagnetismus der 3d-Übergangsmetalle Fe, Co, Ni beruht auf itineranten Elektronen. Unter Berücksichtigung des Pauli-Prinzips kann es energetisch günstiger sein, dass die Spinnmomente dieser delokalisierten Elektronen parallel

stehen [11]. Zwar erhöht diese Parallelstellung die kinetische Energie der Elektronen, da dann jeder Zustand nur mit einem Elektron besetzt wird, anstatt mit zwei Elektronen mit antiparalleler Ausrichtung. Aber in der Gesamtenergiebilanz kann dieser Zustand günstiger sein, da bei einer Parallelstellung der Spins zwischen diesen ein größerer Abstand herrscht - das sogenannte Austauschloch und damit wird die Coulombenergie reduziert. Im sog. Stoner-Modell wird dieses Wechselspiel in das Bändermodell der Elektronen integriert und führt zu einer notwendigen Bedingung für das Auftreten des Ferromagnetismus, das Stoner-Kriterium:

$$I \cdot \tilde{D}(E_F) > 1 \quad (2.1)$$

Dabei beschreibt der Parameter I die Austauschwechselwirkung der Elektronen und $\tilde{D}(E_F)$ die Zustandsdichte pro Atom und Spinsorte am Fermi-niveau. Es muss also sowohl eine Austauschwechselwirkung als auch eine große Zustandsdichte an der Fermikante vorliegen, damit ein Material ferromagnetisch ist. Die 3d-Übergangsmetalle erfüllen das Stoner-Kriterium. Bei diesen Materialien liegen die d-Zustände genau an der Fermikante (siehe Abb.2.3). Durch die unterschiedliche Besetzung von Spin up(\uparrow) und down(\downarrow) Zuständen kompensieren sich die Momente der Elektronen nicht mehr vollständig. Aufgrund der Spin-Bahn-Wechselwirkung gibt es ein resultierendes magnetisches Moment entlang der Quantisierungsrichtung im Real-Raum.

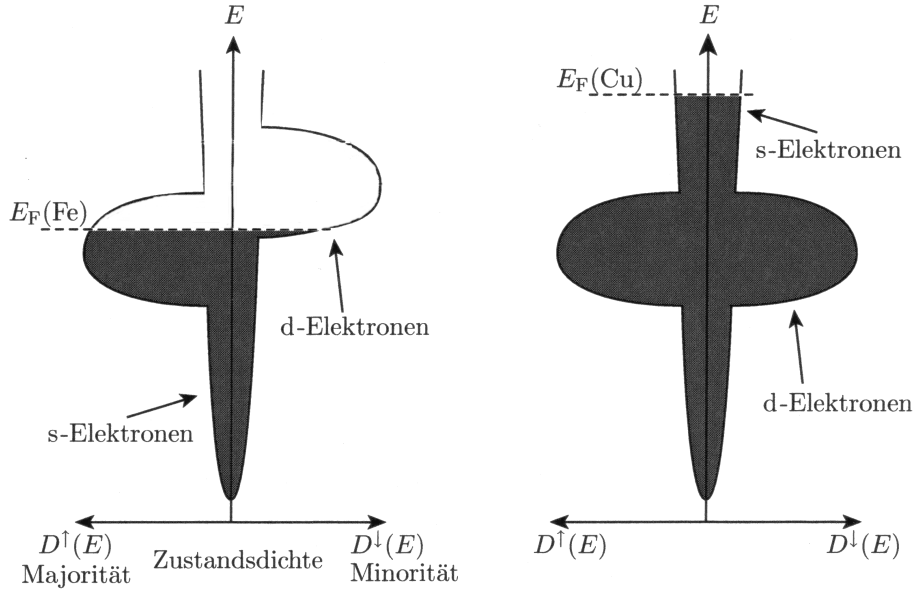


Abb. 2.3: links: Schematische Zustandsdichte der 3d-Ferromagneten (z.B. Fe, Co). Durch die Austauschspaltung liegen die Majoritätszustände energetisch tiefer als die Minoritätszustände. rechts: Vergleich mit der Zustandsdichte von Edelmetallen (z.B. Cu, Au). Die d-Zustände liegen deutlich unterhalb des Fermi-Niveaus und sind nicht aufgespalten.

Das Verhalten der Magnetisierung in einem äußeren Magnetfeld B kann man durch eine thermodynamische Betrachtung erklären [12]. Die freie Energie F hat verschiedene magnetische Beiträge:

$$F = F_{\text{Zeeman}} + F_{\text{Anisotropie}} + F_{\text{Kopplung}} \quad (2.2)$$

wobei der Zeeman-Term $F_{\text{Zeeman}} = -\vec{M} \cdot \vec{B}$ proportional zum äußeren Feld ist. Er ergibt die Energie eines Dipols in einem äußeren Magnetfeld.

Der Anisotropiebeitrag $F_{\text{Anisotropie}}$ sorgt dafür, dass sich die Magnetisierung entlang bevorzugter Achsen ausrichtet. Die Anisotropie besteht aus mehreren Beiträgen [13]:

$$F_{\text{Anisotropie}} = F_{\text{Form}} + F_{\text{Kristall}} + F_{\text{Oberfläche}} + F_{\text{magnetoelastisch}} \quad (2.3)$$

Die Formanisotropie F_{Form} beschreibt die Energie eines Körpers in seinem eigenen Entmagnetisierungsfeld. Die Energie beruht auf einer Unstetigkeit der mag-

netischen Feldstärke H an den Grenzflächen des magnetisierten Körpers zum Vakuum. Die Formanisotropie erzeugt ein Entmagnetisierungsfeld, das proportional zur Magnetisierung \vec{M} mit dem Entmagnetisierungstensor $\underline{\underline{N}}$ ist. Dieser hängt von der Form der Probe ab [14].

$$F_{\text{Form}} = \mu_0 \vec{M} \cdot \underline{\underline{N}} \cdot \vec{M} \quad (2.4)$$

In dünnen, ausgedehnten Filmen vereinfacht sich der Entmagnetisierungstensor zu $N_{zz}=1$ und alle anderen Beiträge verschwinden aus Symmetriegründen, wenn die z-Achse die Oberflächennormale darstellt. Dadurch wird es schwer, eine dünne Schicht entlang dieser Achse magnetisch zu sättigen; z.B. für Eisen $\sim 2,1\text{T}$.

Durch die Spin-Bahn-Kopplung sind die Spinnomente an die Bahndrehimpulse gekoppelt. Die Bahndrehimpulse sind an die Ladungsdichteverteilung der Elektronen im Festkörper gekoppelt. Eine Veränderung der Richtung der Spinnomente bewirkt eine Veränderung der Ladungsdichteverteilung und damit eine Veränderung der Coulombenergie. Die konkrete Abhängigkeit der Gesamtenergie von der Magnetisierungsrichtung wird vor allem durch die Kristallstruktur bestimmt. Dieser Effekt wird durch die Kristallanisotropie F_{Kristall} repräsentiert. Die energetisch bevorzugten Kristallachsen, z.B. in bcc Fe(100) die $\langle 100 \rangle$ -Achsen, werden als magnetisch leichte Achsen bezeichnet. Die magnetisch harten Achsen des Fe liegen entlang der $\langle 111 \rangle$ -Richtungen [15].

Ein ähnlicher mikroskopischer Mechanismus liegt der Oberflächenanisotropie $F_{\text{Oberfläche}}$ zugrunde. Aufgrund der veränderten Umgebung der Oberflächenatome und damit der Brechung der Translationssymmetrie senkrecht zur Oberfläche, erhält man einen zusätzlichen Spin-Bahn-Beitrag zur magnetischen Anisotropie. Es kann sowohl die Magnetisierung senkrecht zur, als auch in der Schichtebene bevorzugt werden, was stark material- und strukturabhängig ist. Dies gilt analog für jede Grenzfläche; z.B. an der Grenzfläche zwischen bcc Fe(100) und dem Substrat GaAs(001). Durch diese Grenzflächenanisotropie findet man an Fe auf GaAs einen zusätzlichen uniaxialen Anisotropiebeitrag, der vom Substrat GaAs verursacht wird.

Ist die Schicht auf einem Substrat mit unterschiedlicher Gitterkonstante aufgebracht, so kann es zu elastischen Verspannungen kommen, die die magnetischen Eigenschaften gegenüber denen des unverspannten räumlich ausgedehnten Materials verändern. Diesen Anteil bezeichnet man deshalb als magnetoelastische Anisotropie $F_{\text{magnetoelastisch}}$. Die physikalische Ursache für diese Anisotropie ist die Spin-Bahn-Kopplung der Elektronen. Durch die indirekte Kopplung der Spins an das Kristallgitter führt eine Verzerrung des Gitters zu einer Änderung der Magnetisierungsrichtung.

Für die in der vorliegenden Arbeit untersuchten dünnen Eisenschichten auf GaAs(001) dominiert die Formanisotropie, die eine Magnetisierung in der Filmebene vorgibt. Deshalb müssen für die anderen Beiträge zur Anisotropie nur die Richtungen in der Probenebene betrachtet werden. Für das bcc Fe(100) liegt dort als Kristallanisotropie eine vierzählige Anisotropie in der Probenebene vor. Dabei handelt es sich zum einen um die beiden magnetisch leichten Achsen [100] und [010], zum anderen um die beiden magnetisch harten Achsen [110] und $[\bar{1}10]$. Neben der Kristallanisotropie spielt die Grenzflächenanisotropie der Grenzfläche Substrat GaAs zu Eisen eine große Rolle. Sie verursacht eine zusätzliche uniaxiale Anisotropie. Bei der uniaxialen Anisotropie ist eine bestimmte Achse im Material ausgezeichnet. Dies kann z.B. die Schichtnormale oder eine bestimmte Kristallachse innerhalb der Schichtebene sein. Bei dem verwendeten Galliumarsenid liegt eine solche uniaxiale Anisotropie F_{uniaxial} vor. GaAs kristallisiert in Zinkblendestruktur. Man kann sich diese aus zwei fcc-Gittern, deren Basen mit einem Ga-Atom und einem As-Atom besetzt sind, die um ein Viertel der Raumdiagonalen der kubischen Elementarzelle verschoben sind, vorstellen. An der GaAs(001)-Oberfläche stellt die Verbindungslinie der beiden Atome die ausgezeichnete Richtung dar. Diese uniaxiale Anisotropie tritt immer bei Eisenwachstum auf GaAs(001) unabhängig von der Präparation der Oberfläche [16] auf, daher wird sie auch bei den in dieser Arbeit hergestellten Eisenschichten zu finden sein.

Ein Zusatzterm für dünne Schichten ist F_{Kopplung} . Er beinhaltet die Kopplung einer ferromagnetischen Schicht an eine zweite, z.B. durch Orange-Peel-Kopplung über Rauigkeiten oder dipolare Kopplung über magnetostatische Felder vom Rand der Schicht. Ein energetisch sehr viel größerer Anteil kann unter bestimm-

ten Voraussetzungen auf der Zwischenschichtaustauschkopplung (siehe Kap.2.4) beruhen [3].

2.3 Die Austauschverschiebung

Die Austauschverschiebung (engl.: Exchange Bias) wurde erstmals von W. H. Meiklejohn und C. P. Bean an oxidierten Kobaltpartikeln unterhalb der Néel-Temperatur von CoO gefunden [18], [19] .

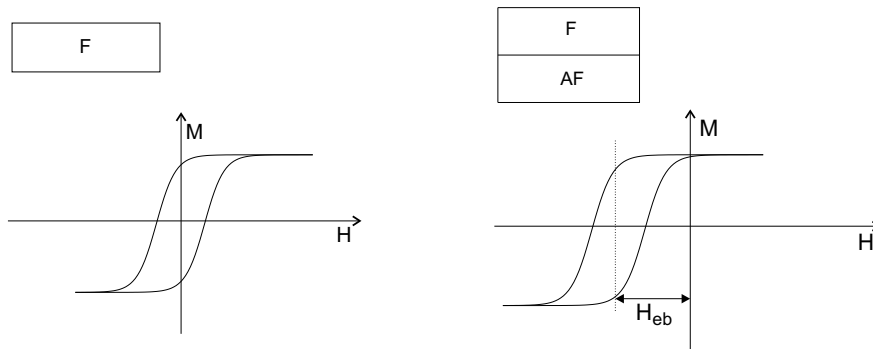


Abb. 2.4: Schematische Darstellung des Exchange-Bias-Effektes: Verschiebung der Hysteresekurve um den Betrag H_{eb} .

Dieser Effekt, der zu einer Verschiebung der Hysteresekurve um H_{eb} führt, kann beobachtet werden, wenn man unter bestimmten Voraussetzungen einen Ferromagneten (F) und einen Antiferromagneten (AF) in Kontakt bringt (siehe Abb.2.4). Die Curie-Temperatur T_C des F muss höher sein als die Néel-Temperatur T_N des AF; eigentlich ist die Blockingtemperatur T_B , die etwas unter der Néel-Temperatur T_N liegt, die entscheidende Größe. Zusätzlich muss das komplette System oberhalb T_N in einem äußeren Magnetfeld hergestellt werden oder nach Herstellung bei Raumtemperatur über T_N erhitzt und im Magnetfeld unter T_N abgekühlt werden [20]. Das Zustandekommen des Exchange-Bias-Effektes kann intuitiv beschrieben werden:

Beim Anlegen eines äußeren Magnetfeldes im Temperaturbereich $T_N < T < T_C$ richten sich die F-Spins parallel zum Magnetfeld aus, während die AF-Spins paramagnetisch bleiben.

Kühlt man das System unter die Néel-Temperatur, so richten sich die AF-Spins an der Grenzfläche zum Ferromagneten je nach Kopplungsart parallel, antiparallel oder senkrecht (90°) zu den Spins des Ferromagneten aus. Die Spins im AF, die weiter weg von der Grenzfläche liegen, orientieren sich an dieser Ausrichtung der Spins in der AF/F-Grenzfläche, so dass die Nettomagnetisierung im Antiferromagneten Null wird.

Wird das äußere Magnetfeld umgekehrt, so sollten die Spins des F sich bewegen, während die AF-Spins unverändert bleiben. Aber durch die Austauschkopplung zum AF werden die F-Spins in ihrer Ausgangsposition gehalten d.h. die AF-Spins üben an der Grenzfläche ein mikroskopisches Drehmoment auf die F-Spins aus. Somit ist ein größeres, äußeres Magnetfeld zum vollständigen Umdrehen der F-Spins notwendig als ohne Kopplung an die antiferromagnetische Schicht, da zum Überwinden des mikroskopischen Drehmoments ein zusätzliches Magnetfeld benötigt wird.

Verringert man das äußere Magnetfeld und kehrt es wieder um, so drehen sich die F-Spins bei einem geringeren Magnetfeld, denn jetzt hat das wirkende Drehmoment der AF-Spins die gleiche Richtung wie das durch das äußere Magnetfeld hervorgerufene Drehmoment [20]. Dieser Effekt führt zu einer Verschiebung der Hysteresekurve um H_{eb} .

2.4 Zwischenschichtaustauschkopplung

Das Phänomen, dass die Magnetisierungen zweier ferromagnetischer Schichten über eine nichtferromagnetische Schicht „kommunizieren“, wird als Zwischenschichtaustauschkopplung bezeichnet. Als Funktion der Dicke der sie trennenden nichtferromagnetischen Zwischenschicht ist eine parallele oder antiparallele Ausrichtung der Schichtmagnetisierungen zu beobachten. Eine 90° -Ausrichtung ist ebenfalls möglich; sie ergibt sich aus einem Konkurrenzeffekt von ferromagnetischer und antiferromagnetischer Kopplung, der durch Grenzflächenrauigkeit verursacht wird. Sie wird auf eine schlechte Qualität der Zwischenschicht zurückgeführt, denn treten bei der Zwischenschicht Dickenfluktuationen auf, so liegen als Folge Bereiche ferromagnetischer und antiferromagnetischer Kopplung in der Schichtebene nahe beieinander [21].

Die Kopplung wird phänomenologisch durch den Ansatz

$$E_{IEC} = -J_1 \cos(\Delta\phi) - J_2 \cos^2(\Delta\phi) \quad (2.5)$$

beschrieben, mit den Kopplungsparametern J_1 , J_2 , und dem relativen Winkel zwischen den Magnetisierungen der ferromagnetischen Schichten $\Delta\phi$. J_1 wird auch als bilinearer, J_2 als biquadratischer Term bezeichnet. Art und Größe der Kopplung sind durch die Werte von J_1 und J_2 bestimmt: Bei dominantem J_1 ist das System ferromagnetisch (antiferromagnetisch) gekoppelt, wenn J_1 positiv (negativ) ist. Dominiert J_2 und ist negativ, entspricht eine 90° Ausrichtung der Magnetisierungen einem Energieminimum des Systems.

Die Zwischenschichtkopplung wurde 1986 erstmals von Grünberg et al. an Eisen/Chrom/Eisen-Schichten beobachtet [3].

Diese magnetische Zwischenschichtaustauschkopplung in magnetischen Schichtstrukturen kann im Rahmen des Quantentopf-Bildes als das Resultat eines spinabhängigen Elektronen-Confinements zwischen zwei parallel magnetisierten, magnetischen Schichten verstanden werden. Während Elektronen der einen Spinrichtung praktisch ungehindert durch die Schichtstruktur propagieren können, werden Elektronen der anderen Spinrichtung an den Grenzflächen reflektiert und somit in der Zwischenschicht gefangen (siehe Abb.2.5)[22].

Die Interferenzbedingungen für die gefangenen Elektronen in der Zwischenschicht, die sich in den Eigenschaften der magnetischen Zwischenschichtaustauschkopplung widerspiegeln, verknüpfen die elektronische Struktur (Form der Fermi-Oberfläche) mit der geometrischen Struktur (z.B. Dicke der Zwischenschicht) des Schichtsystems.

Die magnetische Zwischenschichtkopplung weist in Abhängigkeit zur Zwischenschichtdicke D ein oszillatorisches Verhalten auf, was dazu führt, dass es für die Magnetisierungen der magnetischen Schichten als Funktion der Zwischenschichtdicke energetisch günstiger ist, sich alternierend parallel und antiparallel zueinander auszurichten. Denn in der Zwischenschicht kann sich nur dann eine stehende Elektronenwelle senkrecht zu den Grenzflächen ausbilden, wenn die Zwischenschichtdicke D ein Vielfaches der halben Wellenlänge ist:

$$2k_{\perp} = n \frac{2\pi}{D} \quad n = 1, 2, 3... \quad (2.6)$$

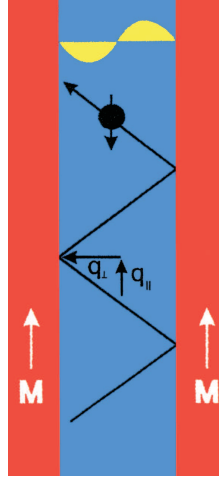


Abb. 2.5: In einer magnetischen Schichtstruktur mit parallel magnetisierten, magnetischen Schichten sind Elektronen mit entgegengesetztem Spin in der Zwischenschicht gefangen und bilden senkrecht zu den Schichten stehende Wellen. Elektronen mit gleichem Spin können dagegen ungehindert durch die Schichtstruktur propagieren ([22]).

wobei k_{\perp} die Komponente des \vec{k} Vektors senkrecht zu den Schichten ist. Die Energieniveaus dieser quantisierten Zustände sinken mit zunehmender Schichtdicke D ab, und neue Niveaus werden gefüllt, wenn sie die Fermi-Energie passieren. Dies ist jeweils mit einer Erhöhung der Energie des elektronischen Systems verbunden und destabilisiert die FM Ausrichtung der magnetischen Schichten, was zur antiferromagnetischen Kopplung führt. Beim weiteren Vergrößern von D bewirkt das Absinken der Energieniveaus eine Verringerung der Energie, und die FM Ausrichtung wird wieder stabilisiert. Dieser Ablauf wiederholt sich periodisch nach jedem Vergrößern von D um

$$\Delta D = \frac{\pi}{|k_{\perp}|}. \quad (2.7)$$

Somit erhalten wir eine Oszillation der Zwischenschichtkopplung mit einer Wellenzahl

$$Q = \frac{2\pi}{\Delta D} = 2|k_{\perp}|. \quad (2.8)$$

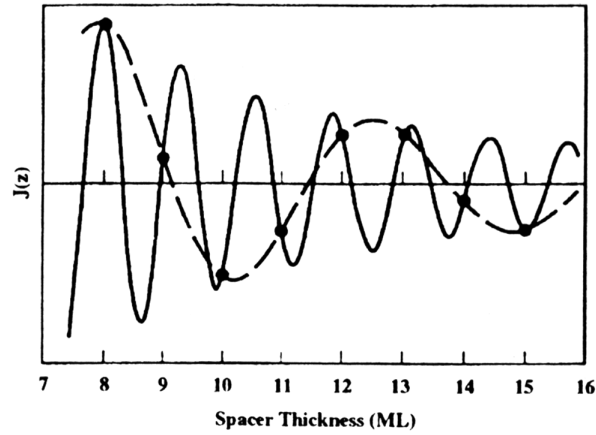


Abb. 2.6: Abhängigkeit der Stärke der oszillatorischen Zwischenschichtkopplung J von der Zwischenschichtdicke. Durch diskretes Abtasten der Oszillation mit der Wellenzahl $2k_{\perp}$ (durchgezogene Linie) bei Zwischenschichtdicken $D=na$ (Punkte) erhält man eine Oszillation mit größerer Periode, entsprechend der Wellenzahl q ([23]).

Über eine kristalline Schicht kann die Kopplung nur für diskrete Werte von D gemessen werden, weil D nur ganzzahliges Vielfaches des atomaren Lagenabstandes a sein kann. Das periodische, diskrete Abtasten der oszillierenden Kopplung resultiert in der Beobachtung einer Wellenzahl der oszillatorischen Kopplung (Abb.2.6)

$$q = |2k_{\perp} - m \frac{2\pi}{a}|, \quad (2.9)$$

wobei m ganzzahlig und so zu wählen ist, dass q in der ersten Brillouin-Zone liegt. Dieses Bild macht deutlich, wo die Schwierigkeiten sowohl experimentell wie theoretisch liegen. k_{\perp} sind gewisse Wellenvektoren der Fermi-Oberfläche des Zwischenschichtmaterials, so dass für eine exakte theoretische Beschreibung eine sehr gute Kenntnis der Fermi-Oberfläche des Materials vorliegen muss. Experimentell muss man Schichten mit sehr geringen Rauigkeiten und hoher Qualität herstellen können, damit die Fermioberfläche möglichst gut ausgeprägt ist und nicht durch Verunreinigungen gestört wird.

2.5 Der quantenmechanische Tunneleffekt

Der quantenmechanische Tunneleffekt ist sowohl Grundlage der Rastertunnelmikroskopie (siehe Kap.3.2.3) als auch des Tunnelmagnetowiderstandseffektes (siehe Kap.2.6). Da für die Interpretation der Messdaten der vorliegenden Arbeit ein Verständnis des Tunneleffektes an Metall/Isolator/Metall-Systemen(MIM) wichtig sein wird, wird dies näher betrachtet. Eine zusammenfassende Betrachtung des Tunnelns zwischen einer metallischen Spitze und einer metallischen Oberfläche über eine Vakuumbarriere für die Rastertunnelmikroskopie findet man in [24].

Im Rahmen der klassischen Mechanik wäre ein Teilchen mit einer Energie kleiner als die Barriere in einem lokalen Minimum eines Potentials für alle Zeiten gefangen. In der Quantenmechanik besteht, abhängig von der Höhe der Barriere, eine bestimmte Wahrscheinlichkeit, diese trotzdem zu überwinden. Diesen Prozess nennt man Tunneln. Ein einfaches Modell zum elektronischen Potential zeigt Abb.2.7. Es stehen sich zwei Elektrodenbereiche gegenüber, die durch einen Barrierenbereich getrennt sind, dessen Potential flach und höher ist als die Ferminiveaus $E_{F,1}$ und $E_{F,2}$ der beiden Elektroden.

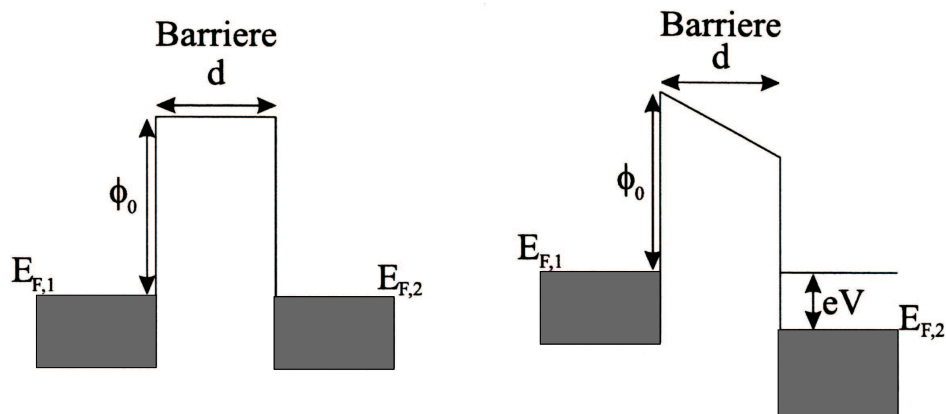


Abb. 2.7: Energieschema eines Tunnelkontaktes: links: zwei Elektrodenbereiche sind durch eine Barriere mit höherem Potential getrennt. rechts: legt man eine Spannungsdifferenz V an die Elektroden an, ergibt sich eine Energiedifferenz an der Barriere: ein Elektronenstrom kann von der linken zur rechten Seite fließen.

Verschiedene Oxid-Metall-Kombinationen sind denkbar, wobei die Barrierenhöhen ϕ_0 , sowohl von der elektronischen Struktur als auch von den Grenzflächen zwischen Metall und Isolator abhängen. Legt man eine Spannung an die Elektroden an, so ergibt sich eine Energiedifferenz eU an der Barriere, so dass ein Elektronenstrom von der linken zur rechten Seite fließen kann. Der Tunnelstrom wird bestimmt durch:

$$I = \frac{4\pi e}{\hbar} \int_{-\infty}^{\infty} \varphi_1(E - eU) \varphi_2(E) |T(E)|^2 [f(E - eU) - f(E)] dE \quad (2.10)$$

Der Tunnelstrom ist abhängig von den Zustandsdichten φ_1 und φ_2 der beteiligten Elektroden, der Fermifunktion $f(E)$ und der Tunnelwahrscheinlichkeit

$$|T(E)|^2 = \exp\left(-\frac{2d}{\hbar} \sqrt{2m(\phi - E)}\right) = e^{-2\kappa x}|_{x=d} \quad (2.11)$$

mit κ als Abklingrate. Dieses Verfahren nennt man die WKB-Näherung (Wentzel, Kramers, Brillouin) [25]. Sie gilt mit der Annahme, dass die Änderung des Potentials $\phi(x)$ im Bereich der deBroglie-Wellenlänge klein gegenüber der kinetischen Energie ist.

Die Abhängigkeit der Stromdichte j von der angelegten Spannung ergibt sich nach Simmons [26]:

$$j = \frac{I(U)}{A} = \frac{e}{4\pi^2 \hbar d^2} \left(\left(\bar{\phi} - \frac{eU}{2} \right) e^{-\alpha d \sqrt{\bar{\phi} - \frac{eU}{2}}} - \left(\bar{\phi} + \frac{eU}{2} \right) e^{-\alpha d \sqrt{\bar{\phi} + \frac{eU}{2}}} \right) \quad (2.12)$$

wobei $\alpha = \frac{2}{\hbar} \sqrt{2m}$, d die Barrierendicke und A die Tunnelfläche ist. Simmons führt die mittlere Barrierenhöhe $\bar{\phi} = (\phi_1 + \phi_2)/2$ ein.

Für kleine Spannungen $eU \ll \bar{\phi}$ lässt sich zeigen, dass die Tunnelstromdichte $j \propto U$ der Spannung ist, also Ohmschen Charakter hat. Gl.2.12 lässt sich in diesem Fall schreiben als:

$$j = \theta(U + \gamma U^3) \text{ mit } \theta = \frac{e^2}{h^e} \cdot \frac{\sqrt{2m\bar{\phi}}}{d} \cdot e^{-\alpha d \sqrt{\bar{\phi}}} \text{ und } \gamma = \frac{\alpha^2 d^2 e^2}{96\bar{\phi}} - \frac{\alpha d e^2}{32\sqrt[3]{\bar{\phi}}} \quad (2.13)$$

Im Schichtsystem arbeitet man oft mit den gleichen Elektrodenmaterialien, aber man hat im Allgemeinen unterschiedliche Wachstumsbedingungen für die beiden Grenzflächen Metall/Isolator und Isolator/Metall. Daher führte Brinkmann eine zusätzliche Barrierenasymmetrie $\Delta\phi$ ein [27].

Diese Betrachtung liefert zwar qualitativ vergleichbare Ergebnisse, aber quantitativ sind die Ergebnisse wenig brauchbar. Dies liegt z.T. daran, dass Bandstruktureffekte nicht berücksichtigt werden. Betrachtet man das Tunnelsystem dreidimensional, so ist der Wellenvektor parallel zur Schicht eine Erhaltungsgröße $\vec{k}_{||} = (k_x, k_y)$ und die Abklingrate κ hängt von ihm ab: $\kappa(\vec{k}_{||}) = \sqrt{\vec{k}_{||}^2 + \frac{2m}{\hbar^2}(\Phi - E)}$. Für breite oder hohe Barrieren tragen deshalb nur Elektronen mit $\vec{k}_{||} = 0$ zum Tunnelstrom bei.

Aufgrund von verschiedenen Eigenschaften des Tunnelkontaktes ergeben sich bei Strom-Spannungs-Messungen unterschiedliche Leitfähigkeitswerte. Die gesamte Leitfähigkeit G wird beschrieben durch:

$$G(T) = G_0^{dir} + G_1^{res} + \sum_{N>1} G_N^{hop}(T) \quad (2.14)$$

Abb.2.8 stellt die unterschiedlichen Tunnelprozesse dar.

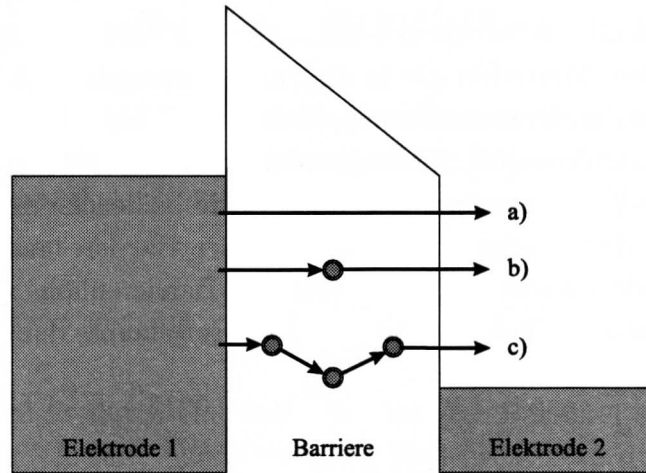


Abb. 2.8: Unterschiedliche Tunnelprozesse: a) direktes Tunneln ohne Zwischenzustände; b) resonantes Tunneln über einen lokalisierten Zwischenzustand; c) inelastisches Tunneln über mehrere Zwischenzustände, sogenanntes hopping.

G_0^{dir} beschreibt die Leitfähigkeit für das direkte Tunneln. Das bedeutet, dass die Elektronen direkt von der linken zur rechten Elektrode tunneln. Die Leitfähigkeit des direkten Tunnelns ist abhängig von der Barrierendicke. d:

$$G_0^{dir} \propto e^{-2\alpha d} \quad (2.15)$$

$1/\alpha$ ist die Lokalisierungslänge; sie ist ein Maß für den Zerfall der Wellenfunktion. G_1^{res} stellt die Leitfähigkeit für einen resonanten Tunnelprozess über einen lokalisierten Zustand in der Barriere dar. Der resonante Tunnelprozess liegt vor, wenn das Tunneln über einen eindimensionalen Kanal mit einem lokalisierten Zustand stattfindet. Ein Maximum dieser Leitfähigkeit ergibt sich dann, wenn der lokalisierte Zustand in der Mitte der Barriere liegt [28]. Dies kann man sich anschaulich verständlich machen. Angenommen, der lokalisierte Zustand würde in der Nähe der linken Elektrode liegen: Die Wahrscheinlichkeit, dass das Elektron in diesen Zustand hineintunnelt ist groß, aber die Wahrscheinlichkeit, dass das Elektron in die rechten Elektrode hineintunnelt ist dann sehr klein. Analoges gilt, wenn der lokalisierte Zustand nahe der rechten Elektrode liegen würde. Es tragen nicht alle vorhandenen lokalisierten Zustände in der Barriere zur resonanten Leitfähigkeit bei. Die Zustände müssen sich in der Zone um die Mitte der Barriere und im Energieintervall um die Fermienergie befinden [29].

Ein wesentliches Merkmal dieser resonanten Tunnelleitfähigkeit ist ihre Dickenabhängigkeit:

$$G_1^{res} \propto e^{-\alpha d} \quad (2.16)$$

In Ergänzung zum resonanten Tunneln über $N=1$ lokalisierte Zustände gibt es bei endlichen Temperaturen auch noch den Fall des inelastischen Tunnelns infolge der Wechselwirkung zwischen Elektron und Phonon. Aufgrund dessen koppeln die Gitterschwingungen an das Energieniveau des lokalisierten Zustandes und verbreitern das Resonanzniveau. Außerdem spaltet sich der resonante Tunnelprozess in einen elastischen und einen inelastischen Teil auf.

$\sum_N G_N^{hop}(T)$ beinhaltet die Situation, wie man sie bei $N > 1$ vorfindet. Es ist die Summe der Leitfähigkeiten über eine Kette von N lokalisierten Zuständen in der Barriere, die durch phononenunterstütztes Hüpfen (hopping) zustande kommen. Dieser Transport durch inkohärentes Hüpfen kann man verstehen als effektive Reihenschaltung von $N+1$ Widerständen mit einer Leitfähigkeit eines optimalen Leitungskanals [30].

Für dickere Barrieren wird das direkte elastische Tunneln immer unwahrscheinlicher. Gleichzeitig erhöht sich die Wahrscheinlichkeit des resonanten Tunnelns über lokalisierte Zustände.

Bis jetzt wurde für die Barriere ein Vakuum angenommen. Um die hohen TMR-Werte (siehe nächster Abschnitt) über epitaktische Barrieren zu erklären, reichen die einfachen Barrierenmodelle nicht aus [31]. Man muss das Barrierenmaterial mit einbeziehen. Ein Isolator hat an der Fermikante eine Bandlücke, in der keine Energiezustände in Form von Blochwellen existieren. Bringt man ihn jedoch in Kontakt mit einem Metall, dann können Zustände an der Fermikante des Metalles in die Bandlücke eindringen, wo sie exponentiell mit dem Abstand von der Grenzfläche abklingen. Diese Zustände haben eine entscheidende Bedeutung für den Tunnelstrom, da es gerade diese Zustände an der Fermienergie sind, die die Elektronen durch den Isolator *schmuggeln*. Obwohl nur an der Grenzfläche von Bedeutung, sind diese Zustände eine Eigenschaft des Isolators. Es sind Eigenlösungen der Schrödingergleichung zu einer reellen Energie E , aber mit komplexen k -Vektoren. Bringt man ein zweites Metall mit der anderen Seite des Barrierenmaterials in Kontakt, so fließt ein Strom, der ebenfalls exponentiell mit der Dicke der Barriere abklingt. Dieser Effekt wird ebenfalls als Tunneln bezeichnet, da sich auch hier Elektronen durch eine eigentlich *verbotene* Region des Isolators bewegen. Dieses Tunneln ist analog durch die Abklingrate κ charakterisiert. Für breite oder hohe Barrieren muss man nur Zustände im Minimum von $\kappa(\vec{k}_{||})$ betrachten, alle anderen haben wesentlich höhere Abklingraten. Für welches $\vec{k}_{||}$ das gilt, muss man aus der komplexen Bandstruktur des Barrierenmaterials ableiten. Für Magnesiumoxid gilt das z. B. für $\vec{k}_{||} = 0$ [32].

2.6 Tunnelmagnetowiderstandseffekt

Die ersten Versuche im Hinblick auf spinpolarisiertes Tunneln stammen von Tedrow und Meservey, sie verwendeten Aluminiumoxidschichten als Isolatoren [33]. Es zeigte sich eine asymmetrische Leitfähigkeit infolge der Spinaufspaltung des Ferromagneten. Außerdem zeigten die Experimente eine Erhaltung des Spins während des Tunnelprozesses. Ein Tunnelmagnetowiderstandssystem besteht aus zwei ferromagnetischen Schichten, die durch eine wenige Nanometer dicke Isolatorschicht getrennt sind. Jullière entwickelte zur Erklärung seiner Experimente an Co/Ge/Co-Schichten ein einfaches Modell [34]. Er konnte zeigen, dass die

Leitfähigkeit von der relativen Orientierung der beiden ferromagnetischen Schichten abhängt. Er geht von zwei unabhängigen Spinkanälen ohne Spinstreuung aus. Diese haben unterschiedliche Widerstände bei paralleler und antiparalleler Ausrichtung der Elektroden, was von der Anzahl der jeweiligen Zustände an der Fermikante abhängt (siehe Abb.2.9). Bei den Ferromagneten sind die Spinsubbänder infolge der Austauschwechselwirkung aufgespalten. Aufgrund dieser Aufspaltung existieren für die eine Spinsorte mehr Zustände an der Fermikante als für die andere. Bezeichnet N_L^\uparrow die Anzahl der Spin-up-Zustände an der Fermikante für den linken Ferromagneten, so schreibt sich die Polarisierung P_L :

$$P_L = \frac{N_L^\uparrow - N_L^\downarrow}{N_L^\uparrow + N_L^\downarrow} \quad (2.17)$$

Legt man eine Spannung zwischen den beiden Ferromagneten an, so wird die Fermienergie des einen Ferromagneten gegenüber der des anderen abgesenkt. Tunnelt nun ein Elektron durch die Barriere unter Spinerhaltung, so liegen bei paralleler Ausrichtung freie Zustände auf der anderen Seite der Barriere vor, in die es hineingelangen kann. Dies führt zu einem großen Tunnelstrom und damit zu einem kleinen Widerstand. Im Gegensatz dazu ist die Anzahl der freien Zustände für die antiparallele Ausrichtung reduziert, weil in diesem Fall das korrespondierende Spinsubband voll besetzt ist. Der Widerstand eines Tunnelprozesses wird in der parallelen Ausrichtung durch

$$R_P \propto \frac{1}{N_L^\uparrow \cdot N_R^\uparrow + N_L^\downarrow \cdot N_R^\downarrow} \quad (2.18)$$

und in der antiparallelen Ausrichtung durch

$$R_{AP} \propto \frac{1}{N_L^\uparrow \cdot N_R^\downarrow + N_L^\downarrow \cdot N_R^\uparrow} \quad (2.19)$$

beschrieben. Die relative Differenz der beiden Widerstandswerte bezeichnet man als Tunnelmagnetowiderstandswert:

$$\text{TMR} = \frac{R_{AP} - R_P}{R_P} = \frac{2P_R \cdot P_L}{1 - P_R \cdot P_L} \quad (2.20)$$

Hierbei bedeuten P_L , P_R die Spinpolarisation der Ferromagneten auf der linken bzw. rechten Seite der Barriere.

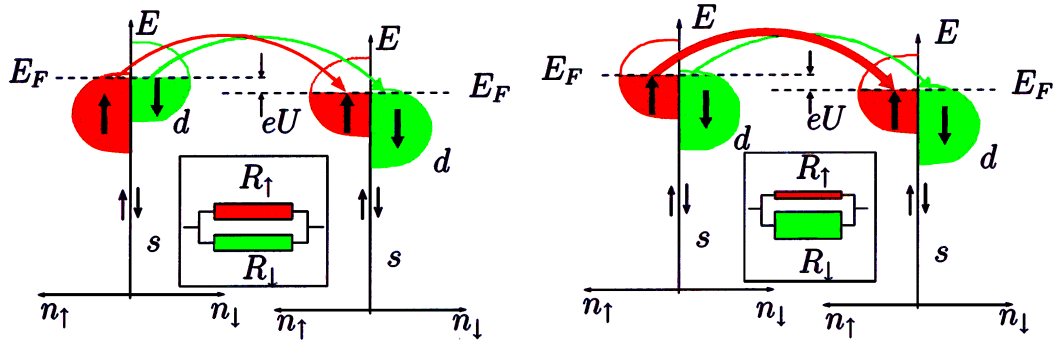


Abb. 2.9: Tunnelstrom bei antiparalleler (links) und bei paralleler (rechts) Ausrichtung der magnetischen Momente der beiden ferromagnetischen Schichten. Bei antiparalleler Ausrichtung gibt es nur wenig besetzte Ausgangszustände für Spin-Up (rot) und wenig Endzustände für Spin-Down (grün). Der Widerstand ist bei beiden Spinkanälen in etwa gleich. Im parallelen Fall gibt es für Spin-Up viele Ausgangs- und Endzustände, der Widerstand ist daher gering. Der Gesamtwiderstand des Systems ist also im parallelen Fall niedriger als im antiparallelen.

Allerdings stößt das Jullière-Modell bei vielen TMR-Systemen an seine Grenzen [35], da in diesem Modell angenommen wird, dass der Tunnelmagnetowiderstand vollkommen unabhängig von den Eigenschaften der Tunnelbarriere ist und nur von den Polarisierungen der beiden Ferromagneten abhängt. Nach Jullière würde man für Fe/MgO/Fe-Schichten Polarisierungen von etwa $\approx 50\%$ und damit ein TMR $\approx 70\%$ erwarten. Insbesondere die Größe des TMR-Wertes kann mit diesem Modell nicht mehr hinreichend erklärt werden [31], aber auch die Polarisierungen nach Gl.2.20 zeigen teilweise starke Abweichungen von den Werten aus anderen Messmethoden. Der TMR-Wert hängt nämlich auch vom Barrierenmaterial ab [36]. Die um Zustände mit abklingendem Charakter erweiterte, komplexe Bandstruktur des Materials muss berücksichtigt werden. Berechnungen mit dem Modell der komplexen Bandstruktur für epitaktische Fe/MgO/Fe-Systeme ergeben TMR-Werte von bis zu 1000% [37]. Dies ist im kohärenten Tunneln begründet.

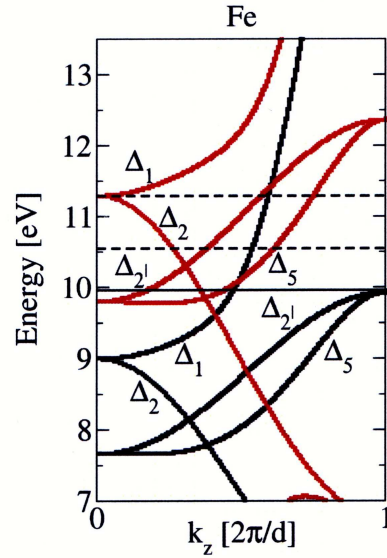


Abb. 2.10: Bandstruktur von Eisen. In Rot die Bänder der Minoritätselektronen, in Schwarz die Bänder der Majoritätselektronen. Von den Δ_1 -Bändern schneidet nur das Majoritätselektron die Fermikante, daher können nur diese in die Barriere einkoppeln.

Im Eisen sind die Zustände, die am Tunnelprozess teilnehmen, d.h. für die $\kappa(\vec{k}_{\parallel}) = \kappa_{min}$ gilt, die mit Δ_1 -Symmetrie (Abb.2.10). Diese können an die Δ_1 -Zustände des MgO koppeln (Abb.2.11). Für das Fe/MgO/Fe-Tunnelsystem ist im Wesentlichen das $\vec{k}_{\parallel} = 0$ Tunneln verantwortlich. Die Δ_1 -Zustände des MgO haben eine viel größere Abklinglänge als alle anderen Zustände, diese tunneln also bevorzugt. Es gibt je ein Δ_1 -Band für Spin-up- und Spin-down-Elektronen, verursacht durch die Austauschspaltung. Von den Δ_1 -Bändern im Eisen schneidet nur das der Majoritätselektronen die Fermikante, das Δ_1 -Band der Minoritätselektronen liegt $\approx 1\text{eV}$ über der Fermikante, weswegen nur die Majoritätszustände in die Barriere einkoppeln können. Dies hat einen niedrigen Widerstand für die Majoritätselektronen zur Folge. Analoges gilt für den Austritt der Elektronen aus der Isolatorbarriere in die zweite Eisenschicht. Sind die Magnetisierungen der beiden Eisenschichten parallel, so ist die gleiche Spinrichtung Majoritätsspin und es können die Zustände von der Barriere in das Δ_1 -Band des Eisens koppeln.

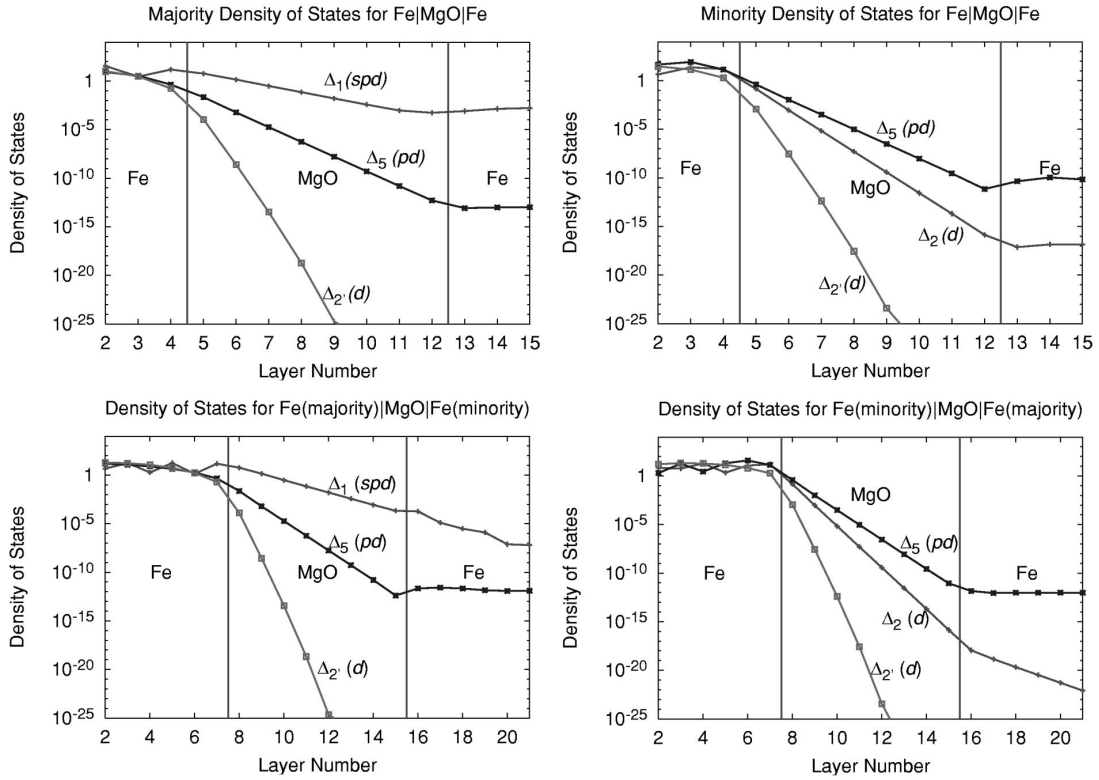


Abb. 2.11: Zustandsdichte eines Fe/MgO/Fe-Tunnelsystemes für $\vec{k}_{\parallel} = 0$: a) Majoritätszustände bei paralleler Stellung der Magnetisierungen der Eisenschichten; b) Minoritätszustände bei paralleler Stellung; c) und d) Zustandsdichten bei antiparalleler Stellung der Magnetisierungen [37].

Bei antiparalleler Ausrichtung der Magnetisierungen befindet sich das Band der anderen Spinrichtung an der Fermikante, so dass in diesem Fall keine der Spinrichtungen kohärent durch das gesamte System tunneln kann [38, 39]. Aus diesem Unterschied resultieren die hohen TMR-Werte.

3 Experimentelle Grundlagen

3.1 Methode zur Probenpräparation

3.1.1 Sputterprozess

Unter Sputtern (engl.: to sputter = zerstäuben) versteht man den Beschuss eines Ausgangsmaterials (Target) mit energiereichen Teilchen und anschließender Deposition des vom Target zerstäubten Materials auf einem Substrat. Der wesentliche Prozess der Zerstäubung ist der Impulsübertrag und nicht, wie bei der Molekularstrahlepitaxie (MBE siehe [40]) das thermische Verdampfen. Als energiereiche Teilchen dienen im elektrischen Feld beschleunigte Edelgasionen, meist Argonionen, die zuvor in einem Plasma (Gasentladung) erzeugt werden. Je nach Wahl der Sputterparameter (Strahlspannung, Beschleunigungsspannung, Gasdruck etc.) liegt die Energie der Ionen zwischen einigen 10 bis einigen 100eV. Die Ionen treffen auf das Target, dabei geben sie ihre kinetische Energie über eine Folge von Stößen (Stoßkaskade) an die Gitteratome des Targetmaterials ab [41]. Einige Atome an der Oberfläche des Targets können dadurch genug Energie aufnehmen um den Atomverbund zu verlassen. Die Energieverteilung der gesputterten Teilchen folgt einer Maxwell-Verteilung mit einer mittleren Energie von 10eV (Abb.3.1).

Die maximale Ausbeute wird erreicht, wenn der Winkel zwischen dem einfallenden Ionenstrahl und der Targetoberfläche etwa 70° beträgt [43]. Die Sputterausbeute Y (engl.: sputter yield) ist beim Sputtern eine wichtige Größe und wird als Verhältnis

$$Y = \frac{\text{Anzahl der herausgeschlagenen Targetatome}}{\text{Anzahl der einfallenden Ionen}} \quad (3.1)$$

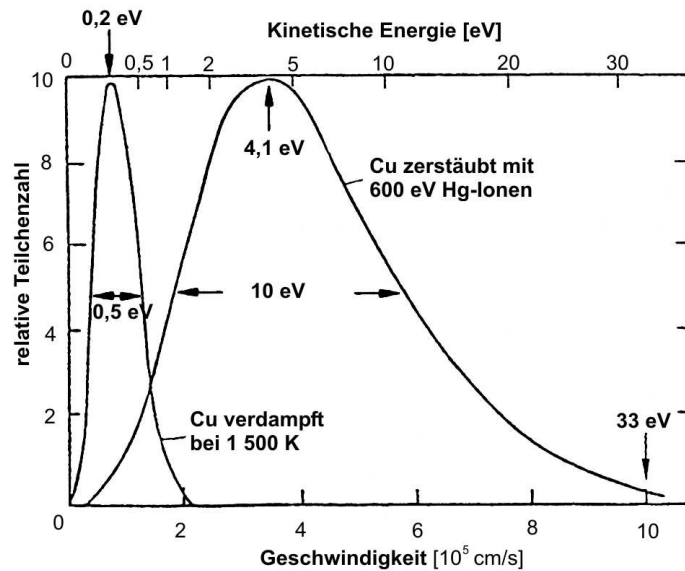


Abb. 3.1: Energieverteilung verdampfter und gesputterter Cu Atome [42]. Beim Sputterprozess entstehen Partikel hoher Energie. Die mittlere Energie liegt bei $\approx 10\text{eV}$. (Die Energieskala ist nicht linear, sie wurde zum besseren Verständnis eingefügt).

definiert. Sie hängt außer vom Winkel auch noch von der Energie der Gasionen sowie dem Massenverhältnis Ion/Targetatom ab. Die Verteilung der Targetatome im Raum ist durch die Sputterkeule gegeben. Die Energieverteilung der beim Substrat eintreffenden Atome hängt vom Gasdruck ab. Der Druck des Sputtergases bestimmt die mittlere freie Weglänge λ aller Partikel. Im Bereich $1 \cdot 10^{-4}\text{mbar}$ beträgt λ etwa 15cm, was ungefähr dem Abstand von Substrat und Target entspricht (siehe Kap. 3.1.3). In diesem Fall erreichen die Targetatome das Substrat nahezu ungehindert. Bei einem Druck der Größenordnung $1 \cdot 10^{-3}\text{mbar}$ stoßen die Targetatome häufiger, da die mittlere freie Weglänge der Teilchen nur noch 5cm beträgt. An der Substratoberfläche wird die kinetische Energie der Targetatome an das Substratgitter abgegeben. Die auftreffenden Teilchen werden als Adatome lose gebunden und diffundieren über die Oberfläche, bis sie desorbieren oder als stabiler Keim kondensieren bzw. sich an bereits vorhandenen Keimen anlagern. Die Keime wachsen so zu Inseln und schließlich zu einem zusammenhängenden Film.

3.1.2 Herkömmliche Sputterverfahren

Zur Erzeugung eines Plasmas gibt es verschiedene Verfahren:

- Gleichspannung-Sputtern (DC): In einem evakuierbaren Behälter wird zwischen zwei metallischen Platten eine Glimmentladung gezündet und eine Spannung angelegt. Die eine Platte liegt auf negativem Potential (Kathode), auf dieser sind die Targets aufgebracht, und die zweite Platte liegt auf positivem Potential (Anode), vor dieser wird das Substrat positioniert. Das Plasma entsteht, indem einige Elektronen zur Anode hin beschleunigt werden und dabei Gasatome ionisieren. Die positiven Ionen werden zur Kathode beschleunigt und lösen Atome und Sekundärelektronen, die zur Plasmaerhaltung nötig sind, aus dem Material heraus. Die herausgeschlagenen Targetatome bilden einen dünnen Film auf dem Substrat. Dieses Sputterverfahren funktioniert nur bei elektrisch leitenden Targets.
- Hochfrequenz Sputtern (HF): Halbleitende und isolierende Materialien laden sich durch den Beschuss mit positiven Ionen auf. Die entstehende Raumladung am Target verhindert einen weiteren Abtrag. Deshalb wird die Hochspannungsquelle durch eine hochfrequente ($f=13,6$ MHz) Wechselspannungsquelle ersetzt d.h. eine hochfrequente Wechselspannung wird über einen Kondensator am Target eingekoppelt. Die Ladungen können am geerdeten Substrathalter abfließen. Das Abfließen der Ladungen am Target wird durch ein isolierendes Target bzw. durch den Kondensator im Falle eines metallischen Targets verhindert. Aufgrund der unterschiedlichen Massen der Ionen und Elektronen im Plasma erreichen z.B. in einer positiven Halbperiode mehr Elektronen die positive Elektrode, als Ionen die negative. Es bildet sich also zwischen Plasma und Target eine Biasspannung aus, die dafür sorgt, dass das Target auf negativem Potential liegt und der Sputterprozess nicht erlischt.
- Magnetisch verstärktes Sputtern (Magnetron): Dieses Verfahren ist das in der Industrie am häufigsten verwendete Sputterverfahren. Der Sputterprozess wird durch ein zusätzliches Magnetfeld verstärkt. Die Elektronen bewegen sich in Anwesenheit von gekreuzten \vec{E} - und \vec{B} - Feldern aufgrund der

Lorentzkraft auf Kreisbahnen über der Targetoberfläche. Dadurch steigt die Anzahl der Ionisationsprozesse. Es sind mehr Ionen am Sputterprozess beteiligt, weshalb die Sputterraten (= Zunahme der Schichtdicke pro Zeit) größer ist, bzw. die Gasentladung auch bei niedrigem Gasdruck stabil ist. Typische Arbeitsdrücke beim Magnetronsputtern liegen im Bereich von 10^{-3} mbar.

Bei den oben genannten Sputterverfahren ist auch das Substrat in direktem Kontakt mit der Gasentladung. Dies kann sich störend auf das Schichtwachstum auswirken. Hochenergetische Ionen treffen auf das Substrat und die Substrattemperatur erhöht sich unkontrolliert [44]. Der zusätzliche Ionenbeschuss kann gerade bei dünnen Schichten eine starke Durchmischung verursachen. Um den Sputterprozess zu stabilisieren ist bei allen Verfahren ein Sputtergasdruck von 10^{-3} mbar nötig. Dadurch werden auch Gasatome in die gesputterte Schicht eingebaut [45] und es sind Verschmutzungen der Schicht durch Restgasatome im Prozessgas möglich. Der große Vorteil dieser Sputterverfahren liegt darin, dass im Vergleich zur MBE die Schichten um ein Vielfaches schneller hergestellt werden können.

3.1.3 Ionenstrahlputtern (IBS)

Das Ionenstrahlputtern unterscheidet sich von den oben genannten Sputterverfahren vor allem durch die räumliche Trennung von Plasmaerzeugung und Target bzw. Substrat (siehe Abb.3.2). Das Plasma wird in der Ionenquelle gezündet. Über ein Gittersystem werden die Ionen aus der Quelle und auf das Target beschleunigt. Daher hat dieses Sputterverfahren mehrere Vorteile. Die Wahl der Sputterparameter ist weitgehend unabhängig voneinander möglich (siehe [46]). Das Substrat ist nicht den hochenergetischen Teilchen des Plasmas ausgesetzt, daher lässt sich die Substrattemperatur besser kontrollieren. Der Gasdruck am Substrat und Target ist wesentlich niedriger als in der Ionenquelle (typ. 10^{-4} mbar), dadurch sind Verunreinigungen der gesputterten Schicht mit dem Sputtergas bzw. mit Verunreinigungen des Sputtergases reduziert. Durch den niedrigeren Gasdruck haben die gesputterten Atome eine größere freie Weglänge (siehe Kap.3.1.1). Durch die höhere kinetische Energie der gesputterten Atome haben sie eine höhere Oberflächenmobilität auf dem Substrat. Das Ionenstrahlputtern

findet meistens unter Ultrahochvakuumbedingungen ($p < 1 \cdot 10^{-9}$ mbar) statt, dies reduziert Verunreinigungen der Schichten durch Restgasatome.

Ionenstrahlsputteranlage

Die in dieser Arbeit verwendete Ionenstrahlsputteranlage wurde bereits in [47] und [46] verwendet und charakterisiert. In dieser Anlage wird eine HF-(high frequency) Quelle benutzt. Die Energie zur Plasmastabilisierung wird über eine HF-Spule in das Gasgebiet geführt. Um isolierende Targetmaterialien zu sputtern steht eine Neutralisationseinheit zur Verfügung. Die Elektronen des Plasmas werden dabei benutzt, indem die Spannung am Beschleunigungsgitter der Ionenquelle periodisch umgekehrt wird. Aus dem Plasma werden so die Elektronen statt der Ionen extrahiert und auf das Target beschleunigt. Der Ionenstrahl wird dadurch mit frei wählbaren Frequenzen (0,5 bis 20 kHz) gepulst. Mit diesem Verfahren ist es auch möglich, nur das Pulsen des Strahles ohne Elektronenextraktion zu nutzen. Dies bietet die Möglichkeit die Sputterraten zu reduzieren, ohne die eigentlichen Sputterparameter zu beeinflussen. Die Sputterparameter wurden bereits in [46] systematisch untersucht und ihre Abhängigkeiten erläutert. Der dort gefundene optimale Sputterparametersatz für Eisen wird für die hier vorliegende Arbeit verwendet.

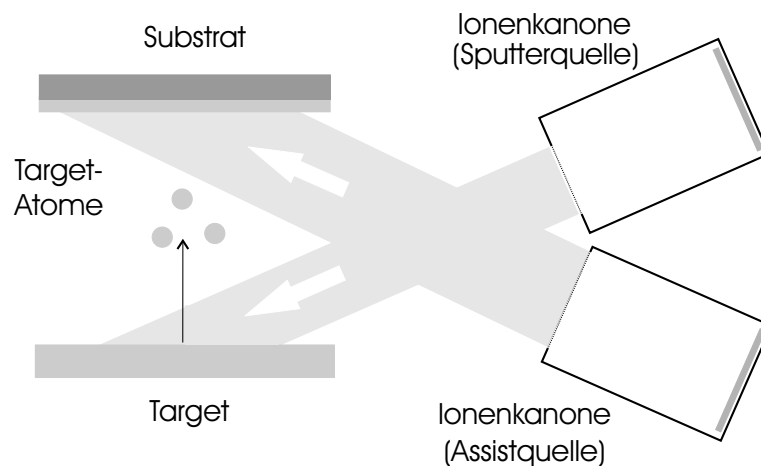


Abb. 3.2: Schema der Quellengeometrie des Ionenstrahlsputterns.

Das Wachstum der Schicht kann zusätzlich mit einer zweiten Ionenquelle (Assistquelle), die auf das Substrat gerichtet ist, beeinflusst werden (siehe Abb.3.2). Dies

bezeichnet man als Ionenstrahl-gestütztes Sputtern (engl.: Ion Beam Assisted Deposition IBAD). Die zusätzlich zugeführte Energie sorgt für größere Mobilität der ankommenden Targetatome auf der Substratoberfläche. Bei dieser ECR-(electron cyclotron resonance) Quelle werden durch Verwendung eines Magnetrons Mikrowellen erzeugt, die dann über eine Antenne in die Plasmakammer geführt werden. In der vorliegenden Arbeit wird diese Assistquelle zur Vorbehandlung des Substrates vor der eigentlichen Deposition der Schicht benutzt, um Verschmutzungen wie Oxide und Wasser von der Substratoberfläche zu entfernen [48].

Den Aufbau der verwendeten Anlage zeigt Abb.3.3. Die LEED-Kammer ermöglicht in situ eine strukturelle Untersuchung der gesputterten Schichten. Die chemische Analyse der Schichten ist in situ mittels Auger- und Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie möglich. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Anlage um zwei Elemente ergänzt: Eine neue Schleusenkammer wurde angebaut, in die eine Substratheizung (bis 900°C) integriert ist. Außerdem musste ein mobiles UHV-Probenlager, der Vakuumkoffer, integriert werden, um die hergestellten Schichten unter UHV-Bedingungen ($p < 5 \cdot 10^{-9}$ mbar) zum Rastertunnelmikroskop (siehe Kap.3.2.3) transportieren zu können.

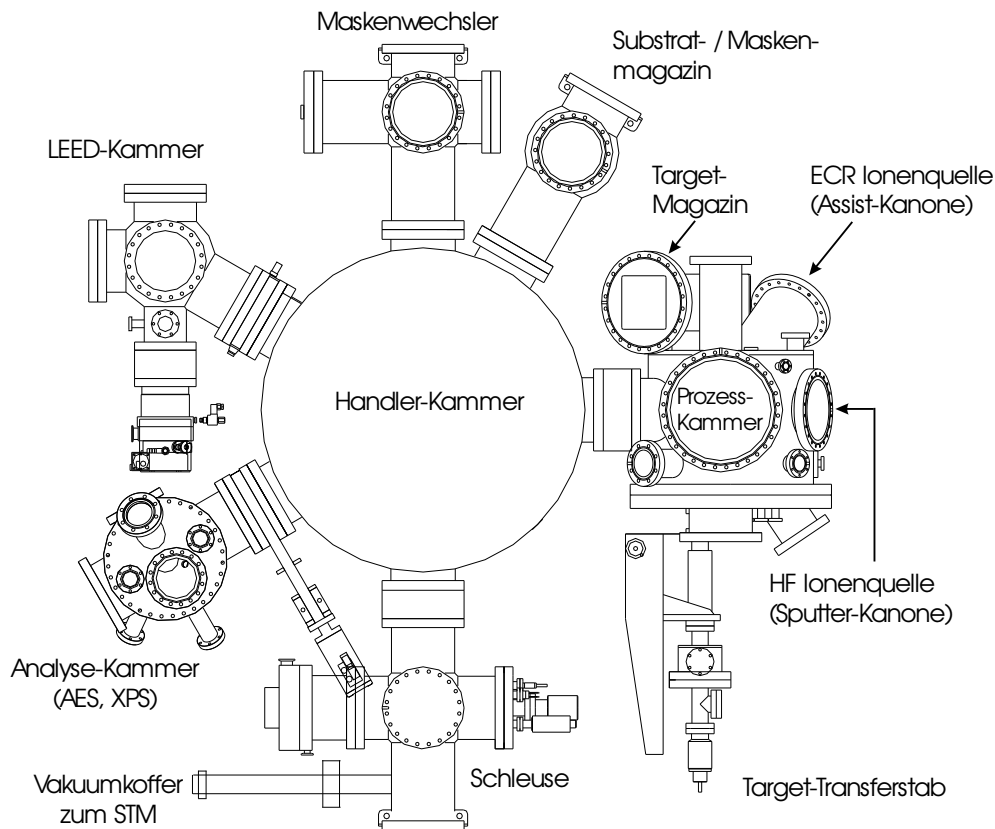


Abb. 3.3: Aufsicht der Ionenstrahlputteranlage.

3.2 Methoden zur strukturellen und chemischen Charakterisierung

3.2.1 Beugung niederenergetischer Elektronen LEED

Zur Oberflächenstrukturbestimmung wird die Beugung niederenergetischer Elektronen (engl.: *Low Energy Electron Diffraction*) häufig benutzt. Durch Verwendung von Elektronen mit einer Energie von 20 bis 500 eV liegt die de Broglie-Wellenlänge

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} \quad (3.2)$$

mit $\lambda = 0,5$ bis 3 \AA im Bereich der Gitterkonstanten von Kristallen. Aus einer Elektronenkanone werden Elektronen mit der Geschwindigkeit v senkrecht auf die Probenoberfläche gerichtet. Die elastisch rückgestreuten Elektronen werden

durch ein Gittersystem energieselektiert und auf dem halbkugelförmigen Leuchtschirm durch Nachbeschleunigen sichtbar gemacht. Das Beugungsbild kann von der Elektronenkanonenseite her mit einer CCD-Kamera beobachtet werden. Zwischen dem zu beobachtenden Beugungsbild und dem reziproken Netz der Oberfläche besteht ein einfacher Zusammenhang (Abb.3.4). Für die zweidimensionale

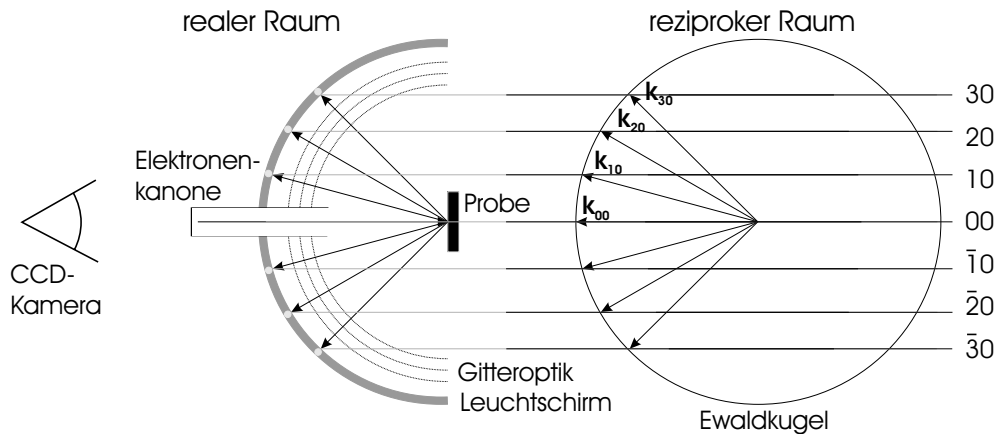


Abb. 3.4: Zusammenhang zwischen LEED-Beugungsbild und reziprokem Raum [49].

Oberfläche müssen nur noch zwei Lauebedingungen erfüllt werden, um die Richtung erlaubter Reflexe zu erhalten: Die Gitterpunkte des reziproken Raumes sind durch den Symmetriebruch an der Oberfläche zu "Stangen" entartet. Das auf dem sphärischen Schirm aufgenommene Abbild des Leuchtschirms ist proportional der Projektion der Ewaldkugel längs dieser Stangen. Die rückgestreuten Elektronen liefern dann scharfe Punkte auf dem Leuchtschirm, wenn die Probe eine periodische Struktur aufweist und die Elektronenenergie so gewählt wird, dass es Schnittpunkte der Ewaldkugel mit den Stangen gibt. Der Durchmesser der Ewaldkugel wird durch die gewählte Elektronenenergie bestimmt. Der Leuchtschirm ist kugelförmig, um eine verzerrungsfreie Abbildung der Ewaldkugel zu ermöglichen. Durch Auswertung des Beugungsbildes kann die Gitterkonstante bestimmt werden. Im Rahmen dieser Arbeit werden ausschließlich die energetische Lage, die Form und die Schärfe der LEED-Spots als Charakterisierung einer kristallinen Oberfläche herangezogen.

3.2.2 Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie XPS

Bei der Röntgenphotoemissionsspektroskopie (engl.: *X-Ray Photoemission Spectroscopy*) wird die Probe mit monochromatischen Röntgenphotonen bestrahlt. Im einfachsten Fall lässt sich die Photoelektronenemission als Anregung eines in der Festkörperoberfläche gebundenen Elektrons mit der Bindungsenergie E_B in einen Endzustand E_{final} verstehen (siehe Abb.3.5). Liegt dieser Endzustand oberhalb

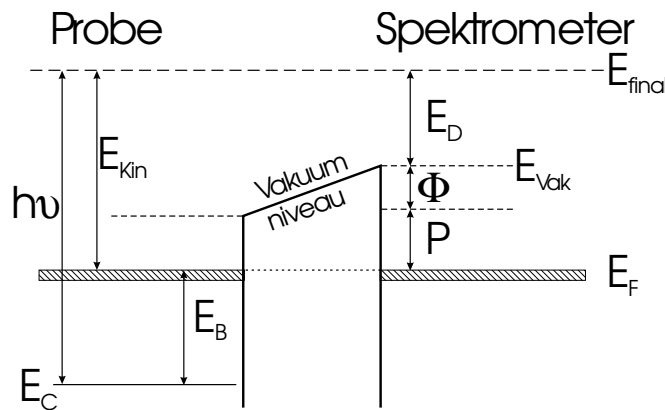


Abb. 3.5: Photoionisationsprozesse bei der XPS nach [50].

des Fermi-niveaus E_F und der Austrittsarbeit der Probe bzw. des Analysators, kann das Photoelektron die Probe mit der kinetischen Energie E_{kin} verlassen und im Analysator mit E_D detektiert werden. Die Anregungsenergie der Photonen $h\nu$ ist bekannt und hängt von der verwendeten Röntgenquelle ab. In der verwendeten XPS-Anlage steht $Mg K_\alpha = 1253,6 \text{ eV}$ und $Al K_\alpha = 1486,6 \text{ eV}$ zur Verfügung. Die kinetische Energie, mit der ein Elektron die Probe verlässt, ergibt sich zu: $E_{kin} = E_D + \Phi + P$. E_D ist die Durchlassenergie des Analysators, $\Phi + P$ die Austrittsarbeit des Spektrometers und P das Abschwächungspotential des Analysators. Durch Messen der kinetischen Energie E_{kin} kann die Bindungsenergie E_B der Elektronen in der Probe bestimmt werden $E_B = h\nu - E_{kin}$ [49]. Die Photonen können bei typischen Energien von $\sim 1300 \text{ eV}$ einige Mikrometer in das Material eindringen, die Photoelektronen kommen aus einer etwa 50 \AA dicken Schicht nahe der Oberfläche des Festkörpers [51].

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird die Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie dazu benutzt, Zusammensetzungen der Proben zu bestimmen. Um die Konzentration eines Elementes in einer Probe quantitativ zu bestimm-

men, müssen die Intensitäten der Rumpfniveaulinien (=Peakflächen) miteinander verglichen werden. Dabei müssen die spezifischen Nachweisempfindlichkeiten der Elemente und ihrer Rumpfniveaus [52] berücksichtigt werden. Sowohl element-spezifische Eigenschaften als auch Spektrometereigenschaften wirken sich auf die Intensitäten der Peaks aus. Wenn die Geometrie des Spektrometers unverändert bleibt, gilt nach [53] in Näherung, dass die Intensität I eines Rumpfniveaus durch die Anzahl N der Atome eines Elementes pro Volumen und dessen Nachweisempfindlichkeit S gegeben ist durch $I = N \cdot S$. Der Vergleich zweier Elemente bei gleichem Rumpfniveau ergibt sich dann zu:

$$\frac{N_A}{N_B} = \frac{\frac{I_A}{S_A}}{\frac{I_B}{S_B}} \quad (3.3)$$

Die atomare Konzentration C eines Elementes in einem anderen wird bestimmt durch:

$$C_A = \frac{N_A}{N_A + N_B} = \frac{\frac{I_A}{S_A}}{\frac{I_A}{S_A} + \frac{I_B}{S_B}} \quad (3.4)$$

Nach [53] haben die so ermittelten Ergebnisse eine Genauigkeit von $\approx 10\%$.

3.2.3 Rastertunnelmikroskopie STM

Das Rastertunnelmikroskop (engl.: *Scanning Tunneling Microscopy*) dient zur Untersuchung von topographischen Strukturen und Elektronendichteverteilungen. Dieses liefert 3-dimensionale Bilder der Elektronendichte von Oberflächen und kann unter optimalen Bedingungen einzelne Atome auflösen. Eine metallische Spitze, die idealerweise so spitz ist, dass sie an ihrem vordersten Ende nur aus einem Atom besteht, wird bis auf einen Abstand von 5 - 15 Å (2 - 5 Atomdurchmesser) an die zu untersuchende Probe herangeführt (Abb.3.6). Die Wellenfunktionen der Atome von Spitze und Probe können aufgrund des geringen Abstandes so weit überlappen, dass das Anlegen einer Spannung zum Fließen eines Stromes führt. Dieser Tunnelstrom beruht auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt (vgl. Kap2.5). Der Tunnelstrom hängt von der lokalen Zustandsdichte der Elektronen an der Spitze und an der Probenoberfläche ab [54]. Die Spitze rastert die Oberfläche ab, wobei der Tunnelstrom über einen elektrischen

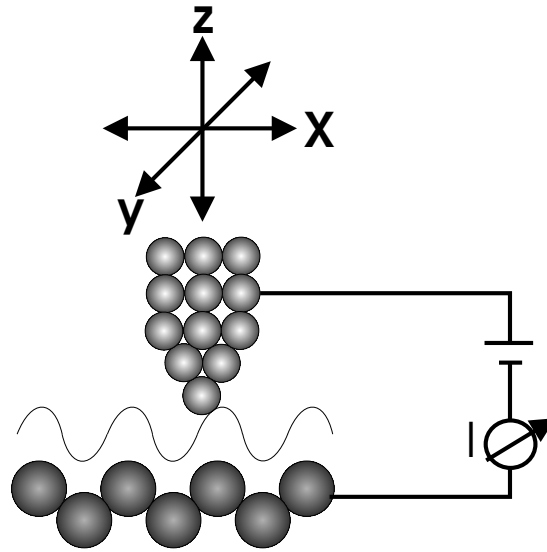


Abb. 3.6: Die Spitze rastert über die Probenoberfläche. Die Bewegung der Spitze wird durch die Piezokristalle gesteuert.

Regelkreis konstant gehalten wird ($I = \text{const.}$). Die Elektronik sorgt dafür, dass die Spitze je nach Änderung des Tunnelstroms an die Probe angenähert oder von ihr entfernt wird. Die notwendige Korrektur der Spitzenposition wird gemessen und somit erhält man ein mikroskopisches Abbild der Oberfläche, das von der Topologie dominiert wird. Außer der bereits erwähnten Betriebsart des STM mit konstantem Tunnelstrom, gibt es auch einen Konstant-Höhe-Modus. Dabei wird die Spitzenhöhe nicht verändert, so dass nun der Tunnelstrom in Abhängigkeit von Tunnelspannung und Zustandsdichte proportional ist. Es ergibt sich eine Stromkurve, die zur Änderung der Zustandsdichte proportional ist. Diese Betriebsart eignet sich jedoch nur, wenn die zu untersuchenden Proben eine sehr glatte Oberfläche besitzen.

Für die STM-Messungen in dieser Arbeit wird der Konstant-Tunnelstrom-Modus verwendet, da man davon ausgehen muss, dass die gesputterten Proben eine starke Rauigkeit aufweisen. Außerdem ist die Gefahr eines Spitzen-Crashes, d.h. dass die Spitze die Probenoberfläche berührt, dadurch minimiert.

Die Bewegung der Spitze über die Probe wird mit Hilfe von Piezokristallen, die aufgrund des piezoelektrischen Effektes schon bei kleinen angelegten Spannungen ihre Länge im Ångströmbereich ändern können, ausgeführt. Die einzelnen Elek-

trodensegmente des piezoelektrischen Scanners können so angesteuert werden, dass aufgrund von verschiedenen Biegeradien und Längenkontraktionen sowohl lateral als auch vertikal präzise positioniert werden kann und somit eine Bewegung der Spitze in alle drei Raumrichtungen möglich ist.

Für die Messungen in dieser Arbeit wird das temperaturvariable Rastertunnelmikroskop VT STM 25 DRH der Firma Omicron verwendet. Die detaillierte Funktionsweise wird in [55] und [56] erläutert.

Um die STM-Aufnahmen qualitativ auswerten zu können, wird das Rastertunnelmikroskop mit Hilfe einer Silberschicht auf GaAs geeicht. Die Terrassenhöhe einer aufgedampften, d.h. mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE) hergestellten Silberschicht, ist bekannt und wird als Maßstab genommen. Aus den STM-Messungen werden die Höhenunterschiede Δh , d.h. vom Farbton schwarz zu weiß, die RMS-Rauigkeiten σ und die Inselgrößen bestimmt. Abb.3.7 zeigt, wie mit Hilfe des Auswertungsprogrammes [57] die Werte für Δh und σ bestimmt werden. Die Häufigkeitsverteilung der Höhenkorrektur der Tunnelspitze, gebildet über einen vorgegebenen Bildausschnitt, folgt einer Gaußverteilung. Für die RMS-Rauigkeit σ wird die Halbwertsbreite der Gaußkurve bestimmt. Die Fußbreite der Gaußverteilung, die bei einem Abfall der Kurve auf 2% ihres Maximalwertes gemessen wird, ergibt im Folgenden den Höhenunterschied Δh . Die typische laterale Strukturgröße wird durch Ausmessen in den STM-Aufnahmen ermittelt.

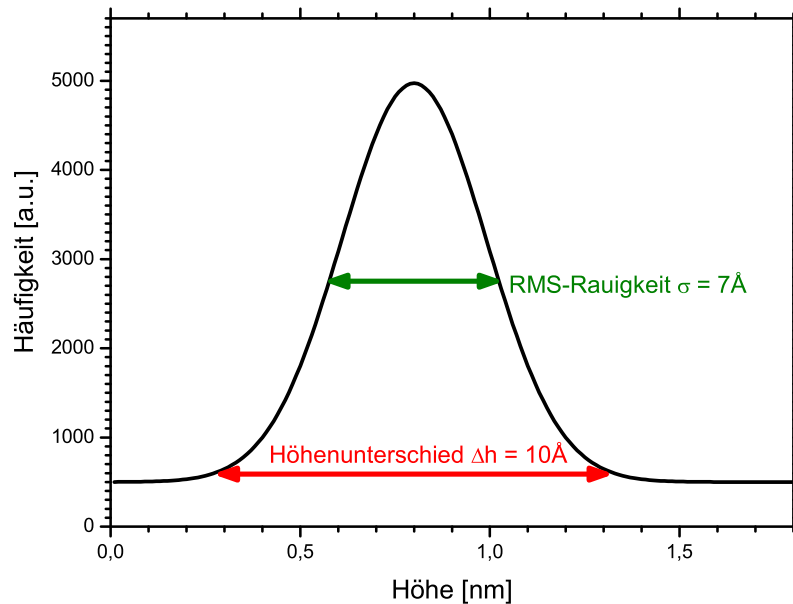


Abb. 3.7: Aus der Gaußverteilung der Häufigkeit der Höhenkorrektur der Tunnelspitze wird die RMS-Rauigkeit σ (Halbwertsbreite) und der Höhenunterschied Δh (Fußbreite bei 2%) bestimmt.

3.3 Methoden zur magnetischen Charakterisierung

3.3.1 Magneto-optischer Kerr Effekt MOKE

Mit Hilfe des Magneto-Optischen Kerr-Effektes können die Ummagnetisierungsprozesse eines Materials charakterisiert werden. Eine Drehung der Polarisations Ebene des eingestrahlten, linear polarisierten Lichtes nach Reflexion an einer magnetischen Oberfläche wird detektiert. Man unterscheidet je nach Ausrichtung der Probenmagnetisierung zur Probenoberfläche und zur Einfallsebene des Lichtes zwischen drei Fällen: dem polaren, dem transversalen und dem longitudinalen Kerr-Effekt. Beim polaren Kerreffekt steht die detektierte Magnetisierungskomponente senkrecht zur Probenoberfläche und liegt in der Einfallsebene. Beim transversalen Kerreffekt liegt die Magnetisierungskomponente parallel zur Oberfläche und senkrecht zur Einfallsebene. Bei den in dieser Arbeit durchgeführten

MOKE-Messungen wird der longitudinale Kerreffekt genutzt. Hier liegt die Magnetisierungskomponente ebenfalls parallel zur Oberfläche, aber in der Einfallsebene.

Die mikroskopische Ursache der magnetooptischen Effekte in Ferromagneten ist das Zusammenwirken von Austauschaufspaltung und Spin-Bahn-Wechselwirkung [58]. Eine linear polarisierte Lichtwelle lässt sich als Überlagerung einer links und einer rechts zirkular polarisierten Lichtwelle darstellen. In der Probe haben beide Wellen unterschiedliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten, was zu einer Phasendifferenz nach Austritt aus der Probe führt. Das reflektierte Licht ist dann elliptisch polarisiert und die Polarisation ist gegenüber der Ausgangspolarisation um den Kerrwinkel gedreht.

Der Kerreffekt lässt sich phänomenologisch durch das dielektrische Gesetz beschreiben, das den \vec{E} -Vektor der Lichtwelle über den dielektrischen Tensor ϵ mit dem induzierten Verschiebungsvektor \vec{D} verknüpft. Daraus ergibt sich die Abhängigkeit der Kerrdrehung von der Magnetisierungsrichtung. Die einfallende Lichtwelle regt die Elektronen der Probe zu einer Schwingung parallel zu seiner Polarisationsrichtung an. Normal reflektiertes Licht, das von diesen Elektronen ausgeht, ist in der gleichen Richtung polarisiert wie das einfallende (Normalkomponente). Ist die Probe aber magnetisch, so induziert die Lorentzkraft eine kleine Schwingungskomponente senkrecht zur Magnetisierung und senkrecht zur Primärschwingung. Diese sekundäre Bewegung erzeugt eine sekundäre Komponente des Lichtes, die senkrecht zum einfallenden Strahl polarisiert ist und somit nach Überlagerung mit der Normalkomponente zu einer magnetisierungsabhängigen Drehung führt. Eine ausführliche Beschreibung des Kerreffektes ist in [59] dargestellt.

Die Kerrdrehung wird durch eine Intensitätsänderung des Lichtes mit einem Detektor am Polarisator- Analysator Aufbau gemessen. Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abb.3.8 dargestellt. Durch den steilen Lichteinfallswinkel von ca. 15° zeigen die gemessenen Hysteresekurven Einflüsse des quadratischen magnetooptischen Kerreffektes (Voigt-Effekt). Aufgrund dessen kann es bei Messungen an Schichtsystemen in der leichten Achse zu einer Aufspaltung in unterschiedliche Pfade zwischen dem Hinweg ($-M \rightarrow +M$) und dem Rückweg ($+M \rightarrow -M$) kommen. Dies muss bei der kompletten Interpretation der Ummagnetisierungs-

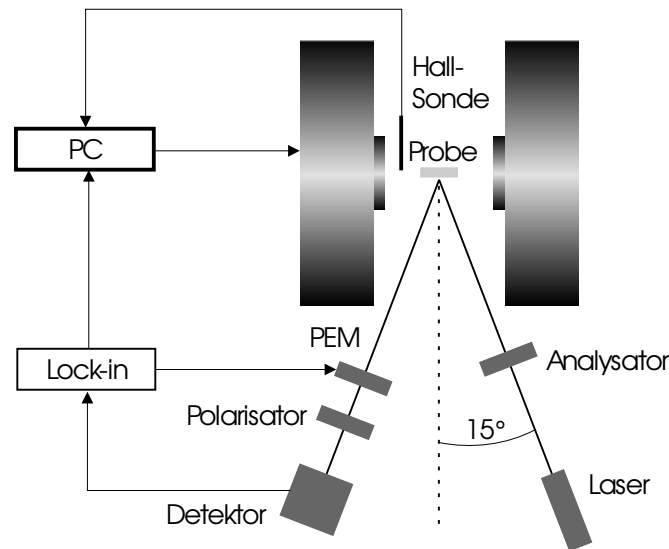


Abb. 3.8: Aufbau des MOKE-Messplatzes: Polarisator und Analysator stehen in Auslöschung zueinander, das Licht trifft in s-Polarisation auf die Probe.

kurve zwar berücksichtigt werden, beeinträchtigt aber nicht die Auswertung der magnetischen Größen.

Aus den Hysteresekurven lassen sich Koezitivfeld, Sättigungsfeld und Schaltfelder ablesen. Durch numerische Simulationen [60] unter Berücksichtigung von Gl.2.5 lassen sich aus den Hysteresekurven von in dieser Arbeit hergestellten Fe/Cr/Fe-Schichten (Kap.4.3) die Kopplungsparameter J_1 und J_2 bestimmen.

MOKE ist keine volumensensitive Messmethode wie SQUID-Magnetometrie (siehe Abschnitt 3.3.2). Das Laserlicht dringt nur zu einem gewissen Teil in die Probe ein. Bei dem benutzten Versuchsaufbau ergibt sich für Eisen die Informationstiefe von $\approx 280\text{\AA}$ [46]. Bei der Interpretation von Messungen an Schichtsystemen muss deshalb berücksichtigt werden, dass nicht alle Schichten im gleichen Maß zum Messsignal beitragen. Haben die Schichtsysteme eine größere Dicke als 280\AA kann nicht mehr die Ummagnetisierungskurve des kompletten Schichtsystems detektiert werden, es muss auf die volumensensitive Messmethode der SQUID-Magnetometrie zurückgegriffen werden.

3.3.2 SQUID-Magnetometrie

Bei der SQUID-Magnetometrie wird die vom Magnetfeld der Probe in einer Induktionsspule erzeugte Spannung gemessen. Dabei wird die Empfindlichkeit im Vergleich zum Vibrationsmagnetometer durch den Einsatz eines **S**uperconducting **Q**uantum **I**nterference **D**evice erheblich gesteigert [13]. Das bedeutet allerdings, dass das gesamte Messsystem mit flüssigen Helium gekühlt werden muss. Der SQUID-Detektor besteht aus einer Stromschleife, in der sich zwei Josephson Kontakte befinden, dünne Isolationsschichten, die vom Suprastrom unter gewissen Bedingungen durchtunnelt werden können. Die Spannung $U(\Phi)$ ist abhängig vom Fluss durch die Stromschleife. $U(\Phi)$ ist periodisch in Φ mit dem Flussquant $\Phi_0 = h/2e$. Sie besitzt Minima an ganzzahligen Vielfachen des Flussquants $n\Phi_0$. Kommerzielle SQUID-Magnetometer, die für unterschiedliche Proben und Messaufgaben ausgelegt sind, benutzen ein Flusstransformator. Hier wird zunächst der Magnetfluss der Probe von einer supraleitenden Spule, die das gesamte Probenrohr umschließt und große Windungszahlen hat, erfasst und von dort in das eigentliche SQUID eingespeist [61]. In einem solchen Schaltkreis ist der Gesamtfluss konstant. Auf diese Weise kann man den Fluss über eine größere Fläche sammeln. Das ist zweckmäßig, da das eigentliche SQUID oft kleiner als 1mm^2 ist. Außerdem kann sich das SQUID in einen magnetisch abgeschirmten Bereich außerhalb der felderzeugenden Spulen befinden. Abb.3.9 zeigt eine Prinzipskizze des gerade beschriebenen SQUID-Magnetometers. Gemessen wird entweder die Flussänderung der Probe infolge der Temperaturänderung, oder die Probe wird zwischen zwei Induktionsspulen verschoben und die dabei auftretende Spannungsdifferenz zwischen den beiden Spulen erfasst. In der Praxis wird die Probe mehrfach mit konstanter Geschwindigkeit durch die supraleitenden Spulen hin und her gefahren, und die dabei auftretenden Spulenstromverläufe werden gemittelt. Durch die Mittelung erreicht man eine Verminderung des Rauschens und außerdem wird eine Drift eliminiert. Anschließend wird eine Funktion numerisch angepasst, die den für einen magnetischen Punktdipol theoretisch zu erwartenden Verlauf beschreibt. Der Amplitudenparameter dieser Funktion repräsentiert dann das magnetische Moment der Probe. Eine absolute Eichung ist dadurch möglich. Konzentrisch um Probe und Induktionsspulenpaar ist eine supraleitende Feldspu-

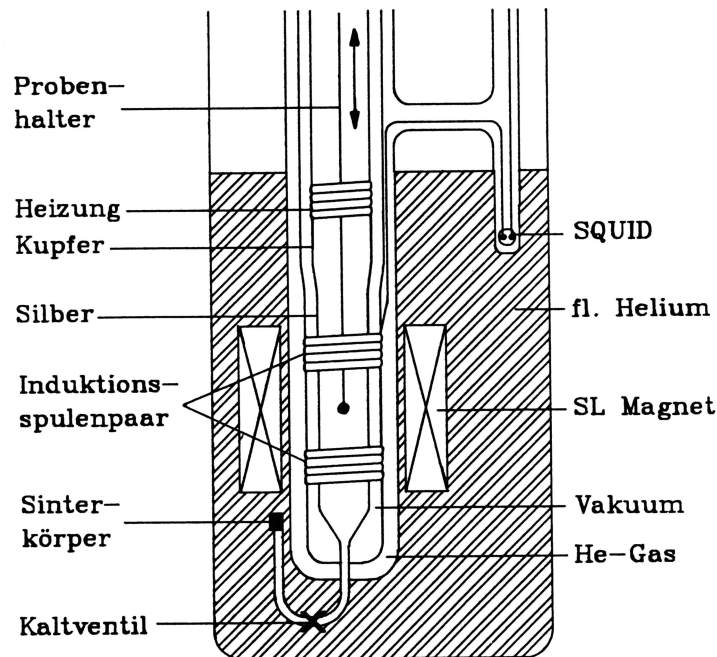


Abb. 3.9: Aufbau eines SQUID-Magnetometers [61].

le angeordnet. Die dient zur Erzeugung eines variablen Magnetfeldes von ein bis zu mehreren Tesla am Ort der Probe, parallel zur Messrichtung. Damit ist die Bestimmung von Magnetisierungskurven möglich [62].

Im Vergleich zu MOKE-Systemen kann mit einem SQUID-Magnetometer eine höhere Messgenauigkeit erzielt werden. Es ist möglich, magnetische Momente quantitativ zu bestimmen. Da die SQUID-Magnetometrie eine volumensensitive Messmethode ist, können mit ihr Hysteresekurven an Schichten beliebiger Dicke gemessen werden.

In der vorliegenden Arbeit wird diese Methode genutzt, um das magnetische Moment der unterschiedlichen Eisenproben zu bestimmen. Dazu wird ein $(5 \times 5) \text{ mm}^2$ großes Stück von den gesputterten Schichten benutzt. Die Probe wird entlang der leichten Achse des Eisenkristalls in das angelegte Magnetfeld gebracht. Aus dem gemessenen magnetischen Moment M wird dann über das Volumen V des Eisens die Sättigungsmagnetisierung $M_S = M/V$ bestimmt. Als Korrektur wird das GaAs ohne Eisenfilm gemessen und bei allen Messungen als Untergrund abgezogen um die Sättigungsmagnetisierung des reinen Eisens zu erhalten.

Zur Messung der Hysteresekurven der Fe/MgO/Fe/Co/FeMn Schichten (Kap.4.4) wird SQUID-Magnetometrie eingesetzt, um die Austauschverschiebung (Kap.2.3) der oberen, gepinnten Eisenschicht zu ermitteln.

3.3.3 Ferromagnetische Resonanz FMR

Unter der ferromagnetischen Resonanz versteht man die resonante Präzession der Magnetisierung im Mikrowellenbereich bei Ferromagneten. Das magnetische Gesamtmoment der Probe präzessiert um die Richtung des statischen Magnetfeldes. Die Energie eines transversalen Hochfrequenzfeldes wird dann stark absorbiert, wenn dessen Frequenz mit der Präzessionsfrequenz übereinstimmt[51]. Mit dieser dynamischen Messmethode lassen sich an ferromagnetischen Proben Größen wie Anisotropie und Sättigungsmagnetisierung bestimmen.

Die Präzession des Magnetisierungsvektors \vec{M} im äußeren Feld wird durch die Landau-Lifshitz-Bewegungsgleichung beschrieben:

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\vec{M}}{dt} = -(\vec{M} \times \vec{H}_{eff}) + \vec{R} \quad (3.5)$$

γ ist das gyromagnetische Verhältnis, \vec{R} ein Dämpfungsterm, \vec{M} die Probenmagnetisierung und \vec{H}_{eff} das angreifende effektive Feld:

$$\vec{H}_{eff} = \frac{1}{M} \vec{\nabla}_M F \quad (3.6)$$

Die verschiedenen Beiträge zum effektiven Feld \vec{H}_{eff} können durch die Freie Energie F ausgedrückt werden. F setzt sich analog zu Gl.2.2 aus der Summe der Einzelbeiträge zusammen:

$$F = F_{Zeeman} + F_{Entmagnetisierung} + F_{Kopplung} + F_{Anisotropie} \quad (3.7)$$

Durch Lösen der Bewegungsgleichung Gl.3.5 lassen sich die Resonanzfelder bzw. bei festem angelegten Magnetfeld die Resonanzfrequenzen bestimmen. Durch zweifaches Ableiten der Freien Energie nach den Magnetisierungsrichtungen berechnet sich die Resonanzfrequenz in Polarkoordinaten θ und ϕ aus der Dispersionsrelation:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1 + \alpha^2}{M^2 \sin^2 \theta} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \phi^2} - \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \theta \partial \phi} \right)^2 \right] \quad (3.8)$$

mit F der gesamten magnetischen freien Energie des Systems. Die Terme unter der Wurzel sind die auf die Magnetisierung wirkenden Richtmomente.

Aus winkelabhängigen FMR-Messungen lassen sich qualitativ die Stärke und die Symmetrie der Anisotropien bestimmen. Die Winkelabhängigkeit der freien Energie spiegelt sich in der Winkelabhängigkeit der Resonanzfrequenz wieder. Zum Verdeutlichen der Winkelabhängigkeit der Resonanzfrequenz soll hier nur eine einfache Form für eine dünne Schicht mit kubischer Anisotropie K_1 angegeben werden [63], deren Magnetisierung durch die Formanisotropie in der Ebene liegt. Die Sättigungsmagnetisierung M_S ist dann durch eine effektive Sättigungsmagnetisierung

$$M_S^{\text{eff}} = M_S - \frac{2K_{\text{Form}}}{d\mu_0 M_S} \quad (3.9)$$

zu ersetzen. Ist die Probe in Sättigung und gilt $B_{\text{ext}} \ll \mu_0 M_S^{\text{eff}}$, lässt sich ein einfacher Zusammenhang zwischen der Resonanzfrequenz $(\omega/\gamma)^2$ als Funktion des Winkels ϑ , der zwischen leichter Achse und externem Magnetfeld gemessen wird, angeben:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 \approx \mu_0 M_S^{\text{eff}} \left(B_{\text{ext}} + \frac{2K_C}{M_S^{\text{eff}}} \cos(4\vartheta) \right) \quad (3.10)$$

Für $\vartheta = 0^\circ$ (leichte Achse parallel zum externen Magnetfeld) ist dieser Ausdruck maximal, in einer harten Achse $\vartheta = 45^\circ$ ist die Resonanzfrequenz minimal. Zwischen leichter und harter Achse oszilliert $(\omega/\gamma)^2$ gemäß (3.10).

Eine ausführlichere Beschreibung zu FMR ist in [64] und [65] zu finden.

Beim verwendeten Messaufbau (Abb. 3.10) wird ein hochfrequentes Magnetfeld durch einen Netzwerkanalysator erzeugt und in einen Zylinderresonator eingekoppelt. Eine etwa $3 \times 3 \text{ mm}^2$ große Probe wird in den Resonator gebracht. Durch die Veränderung der Resonatorlänge wird die H_{011} -Mode des Resonators auf die Anregungsfrequenz abgestimmt. Die Reflektion der elektromagnetischen Strahlung wird als Funktion des angelegten Feldes gemessen (Abb. 3.11a). Diese Messung wird winkelabhängig wiederholt. Für jeden einzelnen Winkel wird der Reflektionskoeffizient als Funktion des Magnetfeldes als Linie dargestellt (Abb. 3.11b)). Der Farbverlauf der Linie spiegelt die Stärke des Signals des Reflektionskoeffizienten wieder.

Aus jedem gemessenen Magnetfeld wird die Resonanzpeakposition (Resonanzfeld beim Maximum) und die Linienbreite ΔB (FWHM) bestimmt, indem eine

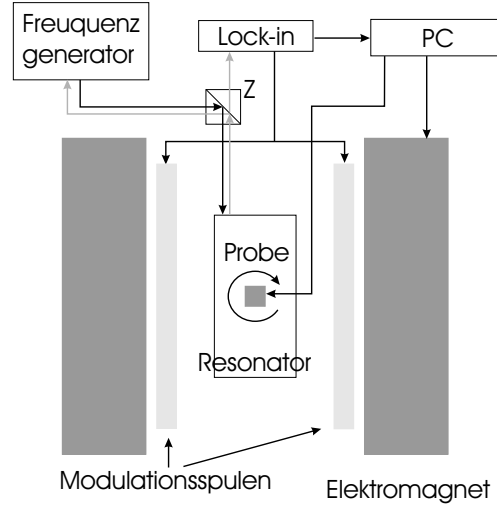


Abb. 3.10: Über den beweglichen Resonatorboden wird die Resonatorlänge und damit das System auf die Anregungsfrequenz abgestimmt. Das sich ausbildende magnetische Wechselfeld liegt in axialer Richtung des Resonators. Über die Antenne gelangt die elektromagnetische Strahlung in den Resonator. Gleichzeitig wird über diese auch die reflektierte Leistung, die über den Zirkulator Z ausgekoppelt wird, empfangen[46].

Lorentzkurve angefitet wird. Mit Hilfe des Auswertungsprogrammes [60] können die Resonanzfelder in Abhängigkeit vom Magnetfeld und vom Probenwinkel angefitet werden und so die absoluten Werte der Kristallanisotropie, der uniaxiale Anisotropie und der Sättigungsmagnetisierung der Eisenschichten ermittelt werden. Aus der Linienbreite der Resonanzpeaks lässt sich rein qualitativ eine Aussage über die Güte der Schicht treffen. Der Resonanzpeak ist dabei umso schmaler, je weniger magnetische Defekte der Kristall aufweist. Ohne Defekte im Kristall kann die Probenmagnetisierung dem Anregungsfeld ungehindert folgen. Um die Linienbreiten verschiedener Proben direkt miteinander vergleichen zu können, müssen die Schichtdicken, die Anregungsfrequenz und der Probenwinkel bei der Messung identisch sein, da diese Parameter die Linienbreite beeinflussen [66]. Die Breite der Resonanzlinie ΔB setzt sich aus einem intrinsischen und einem extrinsischen Beitrag zusammen:

$$\Delta B = \Delta B_0 + 2\alpha \frac{\omega}{\gamma} \quad (3.11)$$

Der intrinsische Anteil hängt von der internen Dämpfung ab, der extrinsische Teil wird durch magnetische Inhomogenitäten verursacht. Aus einer frequenzabhängi-

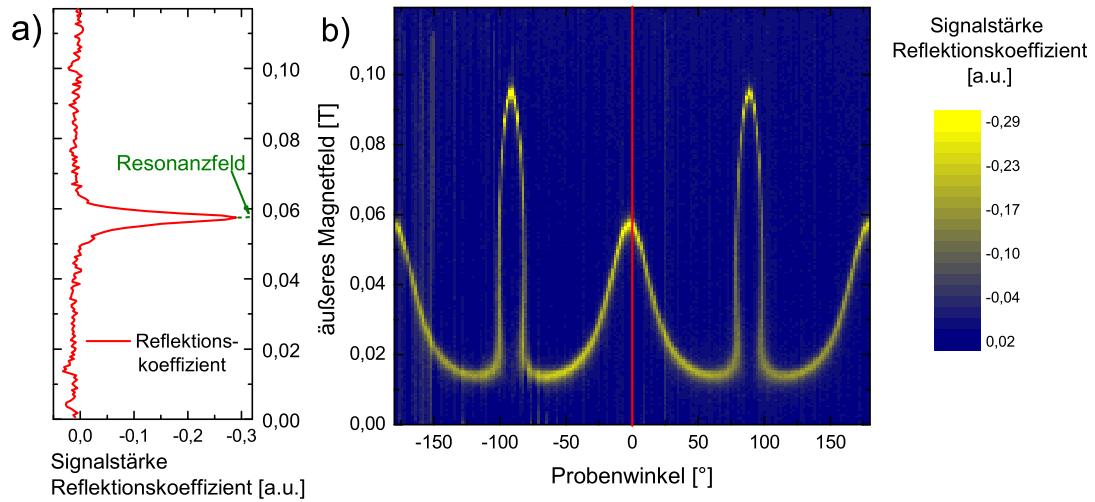


Abb. 3.11: a) Reflektion der elektromagnetischen Strahlung von einer Eischicht als Funktion des Magnetfeldes für einen Winkel von 0° . Die Probe ist entlang ihrer harten Achse im statischen Magnetfeld. Aus der Messung wird das Resonanzfeld und die Linienbreite ermittelt. Zur besseren Darstellung wurden im Graph die Achsen vertauscht. b) typische winkelabhängige FMR-Messung einer Eischicht: Reflektionskoeffizient als Funktion des Probenwinkels und der Feldstärke des äußeren Magnetfeldes. Die Signalstärke wird im Farbton wiedergegeben.

gen Messung der Linienbreite können beide Beiträge voneinander getrennt werden. Aus dem linearen Zusammenhang wird aus dem Achsenabschnitt die extrinsische Linienbreite ΔB_0 und aus der Steigung der intrinsische Dämpfungsparameter α bestimmt.

4 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die durchgeführten Experimente im Einzelnen vorgestellt und die Ergebnisse dargestellt. Das für alle Experimente verwendete Substrat ist Galliumarsenid. Zunächst werden drei unterschiedliche Substratpräparationen in Bezug auf die Oberflächenbeschaffenheit des kristallinen GaAs verglichen. Die Analyse der Zusammensetzung des GaAs an der Oberfläche erfolgt mit XPS. Als nächster Schritt wird der Einfluss der Morphologie der unterschiedlich behandelten GaAs-Substrate auf die Oberflächenbeschaffenheit der 100Å dünnen Eisenfilme studiert. Das epitaktische Wachstum des Eisens wird durch LEED festgestellt. Die Analyse der Topographie der Eisenschichten erfolgt mit STM. Zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften der Eisenschichten auf den drei verschieden präparierten GaAs-Typen dienen SQUID-Magnetometrie und ferromagnetische Resonanzexperimente. Die magnetischen Eigenschaften wie Sättigungsmagnetisierung und Kristallanisotropie werden mittels winkelabhängigen FMR-Messungen ermittelt. Dabei werden die Werte der Anisotropien in Zusammenhang mit den drei unterschiedlichen GaAs-Präparationsverfahren gebracht. Die Eisenschicht mit der höchsten ermittelten Kristallanisotropie wird in Abhängigkeit von der Eisenschichtdicke untersucht. Mittels STM und LEED kann die Oberflächenbeschaffenheit schichtdickenabhängig untersucht werden. Zur Bestimmung eventueller magnetisch toter Lagen dienen temperaturabhängige SQUID-Messungen. Aus FMR-Experimenten werden Kristallanisotropie, uniaxiale Anisotropie und Sättigungsmagnetisierung in Abhängigkeit von der Eisenschichtdicke ermittelt. Die guten Volumeneigenschaften des gesputterten Eisens sollen als Grundlage für Mehrschichtsysteme dienen.

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse zum Einfluss der GaAs-Präparation auf das Eisenwachstum wird zunächst ein epitaktisch gesputtertes Eisen/Chrom/Eisen-Dreilagenschichtsystem hergestellt und charakterisiert. Zur Untersuchung der

magnetischen Eigenschaften und zur Bestimmung der antiferromagnetischen Zwischenschichtaustauschkopplungsstärke dient die Kerr-Magnetometrie.

Im letzten Teilkapitel werden die Untersuchungen an magnetischen Tunnelkontakten aus gesputterten Fe/MgO/Fe Schichtstapeln vorgestellt. Die Oberflächenbeschaffenheit der einzelnen Schichten wird mit LEED und STM untersucht. XPS liefert Aufschluss über die chemische Zusammensetzung der gesputterten Schichten. Um Transportmessungen an Fe/MgO/Fe zu ermöglichen, muss mittels eines Antiferromagneten (FeMn) eine Exchange-Bias in das Mehrlagenschichtsystem initiiert werden. Nach dem Aufputtern einer FeMn bzw. Co/FeMn Schicht und Heizen im Magnetfeld wird das Austauschverschiebungsfeld mittels SQUID-Magnetometrie ermittelt. Zur Bestimmung der TMR-Werte des gesputterten Fe/MgO/Fe-Systems werden Transportmessungen durchgeführt.

4.1 Substratpräparation

Der erste Schritt der Probenpräparation besteht in der Bereitstellung wohldefinierter Substratoberflächen. Im Rahmen dieser Arbeit wird (001)-orientiertes Galliumarsenid (GaAs) als Substrat für alle Proben verwendet. GaAs kristallisiert in Zinkblende-Struktur. Diese Diamantstruktur kann man sich aus zwei kubisch-flächenzentrierten (fcc) Gittern vorstellen, deren Basen jeweils mit Ga- und As-Atomen besetzt sind, und die um ein Viertel der Raumdiagonalen der Elementarzelle gegeneinander verschoben sind. An der (001) Oberfläche stellt durch die unterschiedliche chemische Belegung die Verbindungslinie der beiden Atome eine ausgezeichnete Richtung dar, es liegt also eine uniaxiale, kristalline Anisotropie vor. Als Basis für alle Untersuchungen in dieser Arbeit sollen epitaktisch gewachsene Eisenfilme dienen. Da die Gitterkonstante des GaAs-Kristalls doppelt so groß wie die des bcc-Eisens ist, ist epitaktisches Wachstum des Eisens möglich: für alle Proben wird GaAs als Substrat verwendet.

Da die verwendeten Substrate an Luft lagern, muss man von einer Verunreinigung der Oberfläche durch z.B. eine einige Ångström dicke Oxidschicht ausgehen, die die darunter liegende Struktur des Einkristalls verdeckt. An unbehandelten Substraten können keine LEED-Reflexe gefunden werden, die verunreinigten Schichten zeigen keine kristalline Ordnung. Um ein geordnetes Wachstum der Filme zu

erlangen, werden deshalb die Substrate vorbehandelt.

Im Folgenden werden zwei unterschiedliche Reinigungsvorgänge beschrieben und miteinander verglichen: Zum einen wird das Substrat durch Ar-Ionenbeschuss gereinigt, zum anderen wird das Substrat auf $\sim 590^\circ\text{C}$ geheizt, um eine Desorption des Sauerstoffs zu erreichen. T. Damm zeigte, dass durch die Reinigung der Substrate mittels Ionenbeschuss gute magnetische Eigenschaften von gesputterten Schichten erreicht werden [67]. Die Desorption des nativen Sauerstoffs von der GaAs Oberfläche durch Heizen hat in vielen Arbeiten über MBE-Schichten zum Erfolg geführt z.B.[16]. Daher sollen die beiden Reinigungsvorgänge zuerst bezüglich ihres Einflusses auf die Oberflächenbeschaffenheit des GaAs verglichen werden.

Zunächst muss sicher gestellt werden, dass das Vorsputtern die Kristallstruktur nicht zerstört oder die Oberfläche nicht zu stark aufgeraut wird. Diese Fragestellung wurde bereits von T. Damm in seiner Dissertation [46] ausführlich untersucht. Die Untersuchungen ergaben, dass nach 15 sec Vorsputtern mit einer Ionenenergie von 300eV und einem Strahlstrom von 30mA der Sauerstoffgehalt an der Oberfläche des GaAs-Substrates bereits auf 1% gesunken ist. Die Oxidschicht von einigen Ångström ist weitgehend beseitigt. Der kristallin geordnete Bereich des GaAs ist freigelegt, aber das Vorsputtern hat die Oberfläche noch nicht zu stark aufgeraut. Abb.4.1a) zeigt scharfe LEED-Spots des vorgesputterten Substrates. Beim Auftreffen der Ar-Ionen auf das GaAs-Substrat werden die Sauerstoffatome entfernt. Die Energieübertragung ist aber punktuell, daher kann die Oberflächenenergie nicht das Energieminimum erreichen, was für eine Rekonstruktion an der Oberfläche nötig wäre. Leider ist es aus technischen Gründen nicht möglich die GaAs-Oberfläche nach dem Vorsputtern auszuheilen, da in der Präparationskammer keine Heizung zur Rekristallisierung bis 590°C zur Verfügung steht.

Um die GaAs-Oberfläche durch Heizen präparieren zu können, wie es in vielen anderen Arbeiten [68] durchgeführt wird, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein neues Heizsystem in die Schleusenkammer integriert. Dies ermöglicht das Heizen von Substraten bis 900°C . Durch ungefähr zweistündiges Heizen des GaAs auf 590°C in der Schleusenkammer bei einem Druck $p < 5 \cdot 10^{-9}\text{mbar}$ werden Sauerstoff und andere Adsorbate desorbiert. Mit XPS und LEED wird die Desorption

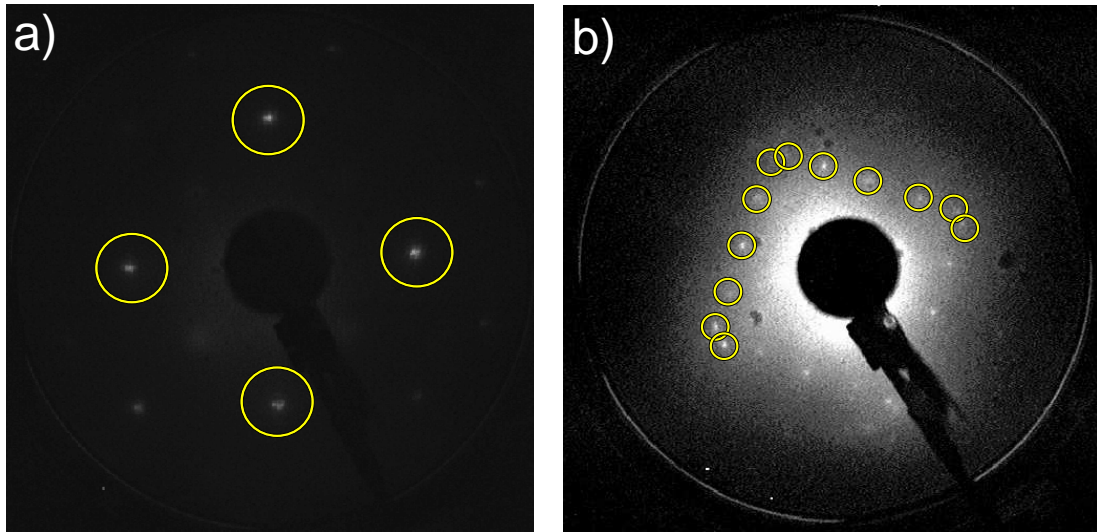


Abb. 4.1: Vergleich der LEED-Bilder: a) ($E=210\text{eV}$): GaAs nach 15sec vorsputtern: scharfe LEED-Spots, aber kein Anzeichen einer Überstruktur; b) ($E=180\text{eV}$): GaAs nach 2 h Heizen bei 590°C : zusätzliche LEED-Spots deuten auf eine (4×2) -Oberflächenrekonstruktion hin; ohne Vorbehandlung des GaAs sind keine Reflexe zu erkennen.

des Sauerstoffs kontrolliert. Abb.4.1b) zeigt ein LEED-Bild einer geheizten GaAs-Oberfläche. Es lassen sich zusätzliche Reflexe finden, die auf eine (4×2) Oberflächenrekonstruktion hindeuten. Ohne Vorbehandlung der GaAs Oberfläche sind keine Reflexe zu sehen. Das Oxid ist somit nicht einkristallin.

Ein weiterer Aspekt beim Reinigen des Substrates ist die Oberflächenrauigkeit. Während der Substratpräparation möchte man die Adsorbate an der GaAs Oberfläche entfernen, jedoch möglichst die Oberfläche nicht aufrauen. Deshalb wird mittels STM untersucht, wie sich das Vorsputtern bzw. das Heizen auf die Rauigkeit des GaAs auswirkt. Die STM-Aufnahmen (Abb.4.2) zeigen signifikante Unterschiede in der Rauigkeit der Oberfläche des GaAs. Die vorgesputterte Oberfläche hat eine RMS-Rauigkeit $\sigma=5\text{\AA}$, die Rauigkeit des geheizten GaAs liegt im gleichen Bereich bei $\sigma=4\text{\AA}$. Damit liegen die RMS-Rauigkeiten zwar in der gleichen Größenordnung, aber man erkennt deutlich ganz unterschiedliche Strukturgrößen. Nach dem Vorsputtern besteht die Oberfläche aus kleinen Strukturen der Größe 70\AA , das Heizen dagegen verursacht wesentlich größere, zusammenhängende Inseln der GaAs-Oberflächenatome mit Abmessungen von 500\AA . Dies lässt sich durch die beiden unterschiedlichen Präparationsvorgänge erklären. Beim Vorsput-

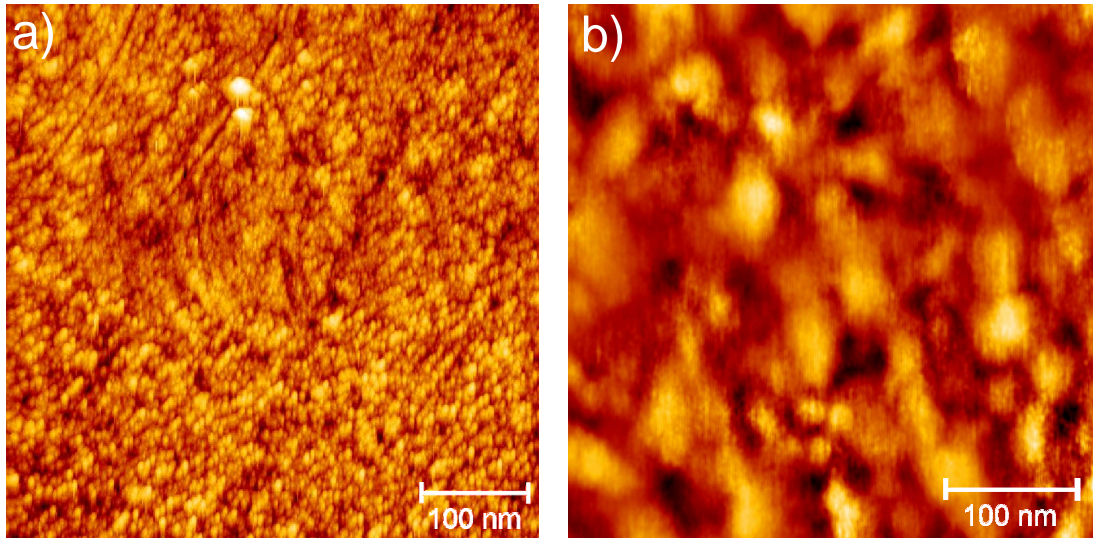


Abb. 4.2: STM-Aufnahmen, Bildfläche: $500 \times 500 \text{ nm}^2$; a): GaAs nach Vorsputtern: Höhenbereich Δh : 20 \AA , Rauigkeit σ : 5 \AA , typ. Strukturgröße 70 \AA ; b): GaAs nach Heizen: Δh : 20 \AA , σ : 4 \AA , typ. Strukturgröße 500 \AA ; Die RMS-Rauigkeit der GaAs Oberfläche ist bei beiden Substratpräparationsverfahren vergleichbar. Allerdings bilden sich durch das Heizen große, zusammenhängende Inseln, während das Vorsputtern die Oberfläche in kleine Inseln zerteilt. Eine Aufnahme der unbehandelten GaAs-Oberfläche ist aufgrund der starken Verunreinigung nicht möglich, da die Adsorbate als Isolatorschicht wirken.

tern wird durch den Aufschlag der Argonionen die Oberfläche aufgeraut, während das Heizen die Oberfläche ausheilt und glättet. Insbesondere sorgt die mit der Temperatur steigende Oberflächendiffusion für die Bildung größerer Inseln.

Da GaAs ein Zweikomponentensystem ist, besteht die Möglichkeit, dass sich während des Vorsputterns eine der Komponente wegen unterschiedlicher Sputterausbeute an der Oberfläche anreichert. In der Literatur findet man Berichte über eine Galliumanreicherung an der Substratoberfläche [70]. T. Damm hat bestätigt, dass während des Vorsputterns an der Oberfläche eine Galliumanreicherung stattfindet [46]. Auch beim Heizen muss die höhere Flüchtigkeit von Arsen berücksichtigt werden [69]. Wird die Temperatur über den Wert, bei welcher die Desorption der Oxidschicht erfolgt ($T > 590^\circ \text{C}$), erhöht, oder das Tempern nach der Desorption über längere Zeit fortgesetzt, kommt es ebenfalls zu einer Anrei-

cherung des Galliums an der Oberflche. Dies wird mit Hilfe von XPS-Messungen untersucht bzw. kontrolliert. In Abb.4.3 sind XPS-Spektren von Galliumarsenid ohne Vorbehandlung, nach dem Vorsputtern und nach dem Heizen zu sehen.

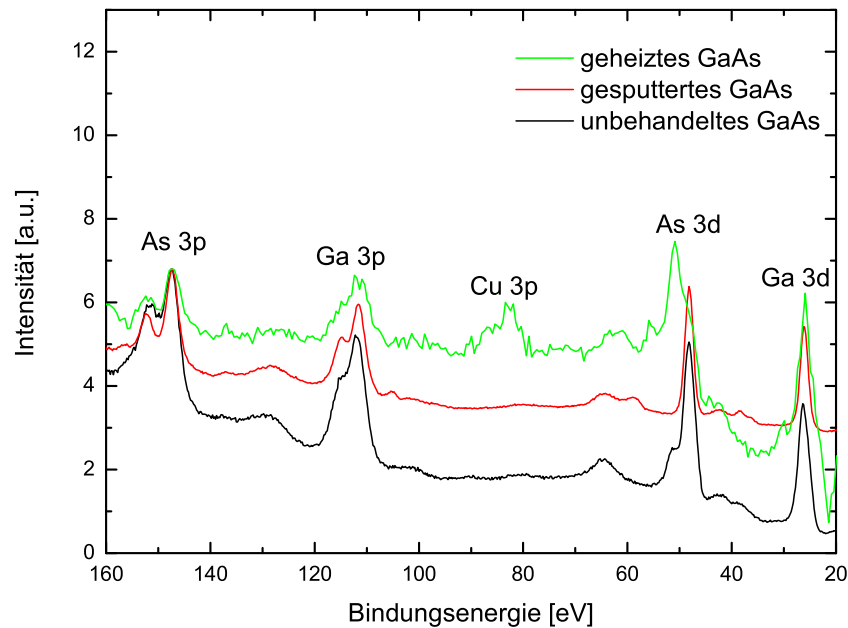


Abb. 4.3: XPS-Spektrum von den Ga 3p, 3d und As 3p, 3d Peaks. Zum besseren Vergleich sind die Messdaten auf den Wert des As 3p Peaks normiert. Das Spektrum ohne Vorbehandlung (schwarz) weicht aufgrund des hohen Sauerstoffanteils von dem Spektrum nach 15 sec Vorsputtern (rot) ab. Das Spektrum nach 2h Heizen bei 590°C (grn) ist stark verrauscht, da ein anderer Probenhalter benutzt werden muss und so der optimale Abstand Probe-XPS-Analysator nicht mehr eingestellt werden kann.

Am Aufflligsten ist das schwache Signal fr das Spektrum des geheizten GaAs. Dies wird nicht durch die Substratprparation verursacht, sondern liegt am Probentrger whrend der XPS-Messung. Da fr das Heizen ein anderer Probentrger benutzt werden muss, kann der optimale Abstand Probe-XPS-Analysator nicht mehr eingestellt werden. Dadurch wird das Signal-Rausch-Verhltnis schlechter und kann auch durch eine hhere Anzahl an Messzyklen nur z.T. ausgeglichen werden.

Die Doppelstruktur der Ga bzw. As 3p Rumpfniveaus des unbehandelten Substrates ist weniger stark ausgeprägt als die des vorgesputterten Substrates. Dies ist im großen Sauerstoffanteil der Substratoberfläche beim unbehandelten GaAs begründet, da das Oxid eine Verschiebung der Rumpfniveaus verursacht. Um eine quantitative Aussage über eine Änderung der Zusammensetzung zwischen Ga und As zu treffen, werden die einzelnen Peaks unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Nachweisempfindlichkeiten aus Scofield [52] gemäß Gleichung 3.3 miteinander verglichen. Um die Größenordnung der Fehler dieser Vergleiche zu testen, werden zunächst die Peakflächen der 3p und 3d Niveaus eines Elementes miteinander verglichen. Da beide Rumpfniveaus eines Elementes zu gleichen Teilen zum Nachweis des Elementes beitragen, sollte der Flächenvergleich den Wert 1 liefern. Wie man aus Tab.4.1 sieht, weichen die Werte deutlich von 1 ab. Für das unbehandelte GaAs ergibt sich für Gallium nur $n_{Ga3d}/n_{Ga3p} = 0,81$. Dies kann mehrere Gründe haben. Zum einen besitzt das Spektrometer eine nicht berücksichtigte, energieabhängige Nachweisempfindlichkeit, zum anderen ist es wahrscheinlich, dass die Elektronenoptiken des verwendeten Spektrometers und des Nachweis-Spektrometers nicht identisch sind. Weiterhin gelten die verwendeten Nachweisempfindlichkeiten der Peaks aus [52] zum einen für reine Elemente und nicht für eine chemische Verbindung, zum anderen ist bei der Berechnung ein senkrechter Einfallswinkel der Strahlung zur Probenoberfläche angenommen worden, während im verwendeten Spektrometer ein Einfallswinkel von $54,7^\circ$ vorliegt. Eine exakte Angabe der absoluten Konzentration von Ga und As ist deshalb nicht möglich. Jedoch kann eine Tendenz zur Galliumanhäufung an der Oberfläche durch die Substratpräparation angegeben werden.

GaAs:	unbehandelt	vorgesputtert	geheizt
Ga $\frac{3d}{3p}$	0,81	0,82	0,83
As $\frac{3d}{3p}$	1,03	1,07	1,04
$\frac{Ga\ 3d}{As\ 3d}$	0,75	0,93	0,83
$\frac{Ga\ 3p}{As\ 3p}$	0,96	1,32	1,26

Tabelle 4.1: XPS Peakflächen-Verhältnisse nach verschiedenen GaAs-Präparationen

Man ersieht aus Tabelle 4.1, dass das Verhältnis der Peakflächen sowohl für die Ga Peaks als auch für As Peaks bei unterschiedlichen Substratpräparationen in etwa gleich ist. Aus dem Vergleich beider Elemente lässt sich hingegen eine Abnahme des As-Gehaltes feststellen: Ohne Vorbehandlung liegt das kleinste Verhältnis vor; sowohl das Heizen des GaAs als auch das Vorsputtern erhöhen den Ga-Gehalt an der Oberfläche. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit [70], wo ebenfalls ein bevorzugtes Sputtern von As und damit eine Zunahme von Ga an der Substratoberfläche gezeigt wird. Auch beim Heizen ist die höhere Flüchtigkeit des As bereits in [16] beobachtet worden.

In diesem Kapitel hat man gesehen, dass die drei angewendeten Präparationsmethoden unterschiedliche Oberflächen des GaAs, hinsichtlich der Struktur, der Morphologie und der chemischen Zusammensetzung erzeugen, die für die weitere Betrachtung des Wachstums des Eisen berücksichtigt werden muss. Ohne Vorbehandlung ist der Gallium- und Arsenanteil ausgeglichen, allerdings ist die Oberfläche durch das Oxid so stark kontaminiert, dass man davon ausgehen muss, dass darauf kein epitaktisches Wachstum möglich ist. Das Vorsputtern reinigt die Oberfläche und legt die Kristallstruktur des GaAs für das epitaktische Wachstum frei. Als negativer Nebeneffekt wird allerdings die chemische Zusammensetzung des GaAs verändert und man hat eine Galliumanreicherung an der Oberfläche. Dies könnte zu einer stärkeren Durchmischung an der Grenzfläche GaAs/Fe führen. Gleichzeitig wird die Oberfläche durch den Argonionenbeschuss in gleichmäßige 70\AA große Strukturen geteilt, was ein starkes Inselwachstum der folgenden Schichten verursachen könnte. Das Heizen verursacht ebenfalls eine Anreicherung des Galliums an der Oberfläche, doch nur durch das Heizen kommt es zu einer Rekonstruktion der Oberfläche und sollte damit optimale Voraussetzung für des epitaktische Wachstum des Eisens sein. Gleichzeitig besteht die Oberfläche aus großen (500\AA) Strukturen, was die optimale Bedingung für Lagenwachstum sein müsste. Im nächsten Kapitel wird nun das Eisenwachstum auf den drei verschiedenen präparierten Galliumarsenidoberflächen betrachtet.

4.2 Eisen auf GaAs Substrat

In diesem Kapitel wird das Wachstum von Eisen auf den drei unterschiedlich präparierten GaAs(001)-Oberflächen betrachtet. Die Gitterkonstante von bcc-Eisen mit $a_{Fe} = 2,87\text{\AA}$ ist etwa halb so groß wie die des GaAs-Kristalls $a_{GaAs} = 5,65\text{\AA}$. Deshalb ist epitaktisches Wachstum von Eisen auf GaAs möglich. Die Kristallrichtungen Fe(001), GaAs(001) und Fe[100], GaAs[100] stimmen überein und die Gitterfehlانpassung beträgt $(2a_{Fe} - a_{GaAs})/a_{GaAs} = 1,5\%$ [51].

Im folgenden Kapitel ist der Einfluss unterschiedlicher GaAs Oberflächen auf das Wachstum von 100\AA Eisen dargestellt. Ausgehend von den strukturellen Eigenschaften der Eisenfilme werden die Auswirkungen auf die magnetischen Eigenschaften erläutert. Mit einer Strahlspannung von 750V und einem Strahlstrom von $14 \pm 1\text{mA}$ wird bei einem Ar-Gasdruck von $1,8 \times 10^{-3}\text{mbar}$ eine Sputterrate von $0,3\text{\AA/s}$ erreicht. Mit diesen Parametern werden alle Eisenfilme hergestellt. Die Schichtdicke wird mit einem Schwingquarz überprüft. Zuvor wurde dieser mit Röntgenkleinwinkelbeugung [72] an Eisenschichten kalibriert. Für die magnetischen Untersuchungen werden die Eisenschichten mit 40\AA Aluminium gegen Oxidation und Verunreinigungen abgedeckt.

4.2.1 Morphologie der 100\AA dicken Eisenfilme

Die LEED-Bilder in Abb.4.4 bestätigen das epitaktische Wachstum auf allen drei Substratoberflächen. Obwohl das unbehandelte GaAs keine LEED-Reflexe zeigt, findet man nach dem Aufputtern von 100\AA Eisen ein Beugungsmuster, das dem bcc Fe(100) entspricht. Dies wurde auch schon in [46] gefunden und dort ansatzweise damit erklärt, dass es Löcher im Oxid gibt, die von den mobilen gesputterten Atomen erreicht werden und als Keime für das epitaktische Wachstum wirken. T. Damm konnte nur epitaktisches Wachstum bei einer Mindestsubstrattemperatur von 40°C finden. In der vorliegenden Arbeit wird für alle bei Raumtemperatur gesputterte Eisenfilme epitaktisches Wachstum nachgewiesen. Im Vergleich erkennt man die schärfsten Leedspots für den Eisenfilm auf dem durch Heizen gereinigten GaAs. Dies bestätigt die obige Vermutung (Kap.4.1), dass die durch das Heizen verursachte Oberflächenrekonstruktion des GaAs die beste Voraussetzung für das epitaktische Wachstum der Eisenschicht bietet. Die

undeutlichsten Leedspots findet man bei der Eisenschicht auf dem kontaminierten, nicht gesäuberten GaAs-Substrat, was aber durch die Oxidschicht zwischen GaAs und dem gesputterten Eisen auch zu erwarten war.

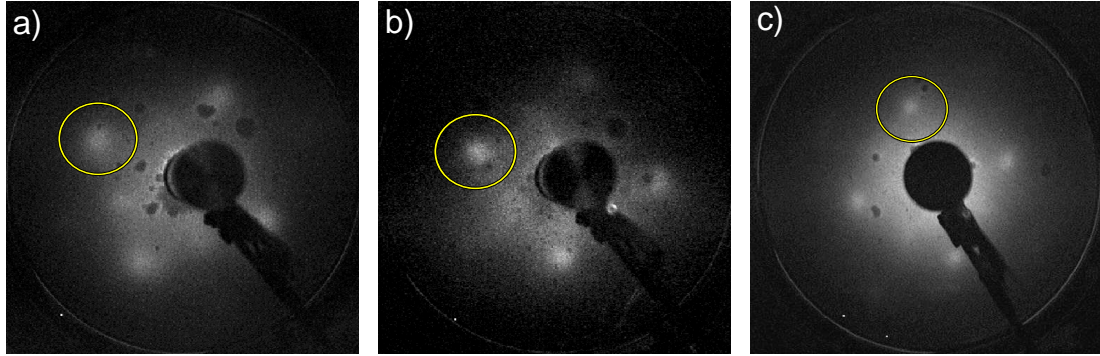


Abb. 4.4: a) LEED Aufnahmen von 100Å Eisen auf dem unbehandelten Substrat bei 108eV, b) dem vorgesputterten bei 110eV und c) dem geheizten GaAs bei 118eV; da die Probenplatte nicht bei einem Winkel zu fixieren ist, sind die einzelnen LEED Aufnahmen leicht gegeneinander rotiert.

Da auf allen drei Substratarten epitaktisches Wachstum möglich ist, stellt sich die Frage, ob und wie sich der unterschiedliche Untergrund auf das Eisenwachstum auswirkt. Dazu wird Rastertunnelmikroskopie an den Eisenfilmen durchgeführt. Auf den STM-Bildern (Abb.4.5) lassen sich deutliche strukturelle Unterschiede der Eisenschichten erkennen. Ohne Vorbehandlung liegt ein geschlossener Eisenfilm vor. Die Rauigkeit $\sigma = 1\text{\AA}$ ist sehr gering. Dies beruht sicherlich auf der Oxidschicht zwischen dem GaAs-Substrat und dem Eisen. Da in diesem Fall die Oberfläche des GaAs nicht vorbehandelt wurde, liegt dem Eisen eine glatte Oberfläche vor.

Im vorgesputterten Fall wächst die Eisenschicht in kleinen Strukturgrößen von 15nm und einer Höhe von typ. $\Delta h = 1\text{nm}$, und übernimmt dadurch die Oberflächenbeschaffenheit, wie man sie schon am vorgesputterten GaAs (Abb.4.2a) erkennen konnte. Die Rauigkeit dieser Eisenschicht $\sigma = 7\text{\AA}$ ist deutlich höher.

Ein ganz anderes Wachstum beobachtet man auf dem geheizten Substrat. Das Eisen wächst in großen zusammenhängende Inseln auf dem GaAs auf. Durch dieses Wachstum ist die Rauigkeit $\sigma = 30\text{\AA}$ im Vergleich zu den beiden anderen Eisenschichten stark erhöht. Diese Ergebnis überrascht, da ich vermutet hatte

(Kap.4.1), dass die großen Strukturen an der Oberfläche des GaAs nach dem Heizen die beste Voraussetzung für das Eisenwachstum sein würde. Anscheinend ist aber gerade das Gegenteil der Fall: die durch das Vorsputtern in kleine Strukturen aufgeteilte Substratoberfläche bietet die Voraussetzung für ein mögliches Lagenwachstum des Eisens mit einer geringen Oberflächenrauigkeit. Die Eisenschicht übernimmt in beiden Fällen die Substratmorphologie. Die limitierte Oberflächendiffusion kann die Inselstruktur nicht ausgleichen.

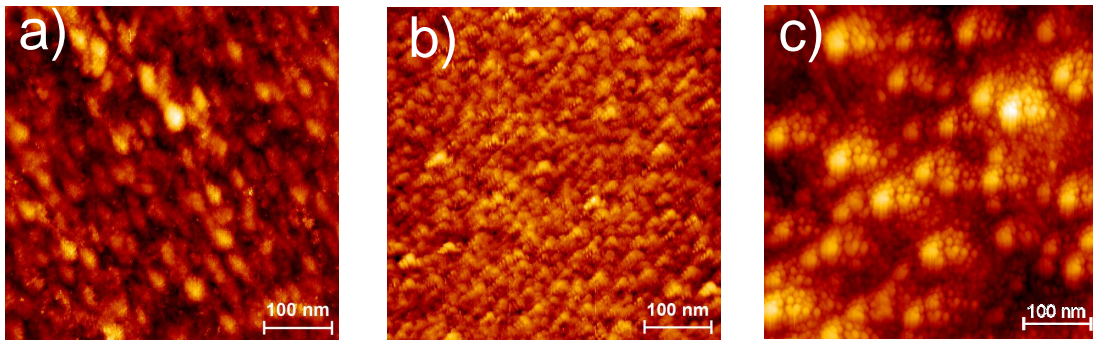


Abb. 4.5: STM Aufnahmen von 100 Å Eisen auf: a) unbehandeltes GaAs: $\Delta h = 8 \text{ Å}$, $\sigma = 1 \text{ Å}$ das Eisen wächst als geschlossener Film auf; b) vorgesputtertes GaAs: $\Delta h = 10 \text{ Å}$, $\sigma = 7 \text{ Å}$ die Oberflächenbeschaffenheit des GaAs wird übernommen, das Eisen wächst in kleinen Inseln auf; c) geheiztes GaAs: $\Delta h = 15 \text{ Å}$, $\sigma = 30 \text{ Å}$ Eisen wächst in großen zusammenhängenden Inseln auf.

4.2.2 Magnetische Eigenschaften der 100Å dünnen Eisenfilme

Die bisherigen Untersuchungen dienten dazu, die Qualität der Eischicht zu optimieren. Der Eisenfilm mit den besten magnetischen Eigenschaften soll gefunden werden, um dann Fe/Cr/Fe- Dreilagensysteme und Fe/MgO/Fe Tunnelkontakte herzustellen. Im Folgenden werden die Ergebnisse zum magnetischen Verhalten der 100Å dünnen Eischichten beschrieben und interpretiert. Dabei liegt der Schwerpunkt darin, die Auswirkungen der unterschiedlichen Wachstumsbedingungen auf die magnetischen Eigenschaften zu untersuchen. Von besonderem Interesse ist, ob sich die unterschiedlichen GaAs Oberflächen, d.h. die Gallium angereicherte Oberfläche im vorgesputterten und geheizten Fall, auf die Durchmischung an der Grenzfläche Fe/GaAs auswirken. Es werden dazu die Koerzitivfeldstärke, die Sättigungsmagnetisierung und die Anisotropien betrachtet.

Um die Koerzitivfeldstärke H_C zu messen, werden zunächst MOKE-Messungen in den leichten Achsen der Proben durchgeführt. Die Sättigungsmagnetisierung wird aus SQUID-Messungen bestimmt. Mittels winkelabhängigen FMR-Messungen werden die Werte der Kristall- und der uniaxialen Anisotropie bestimmt.

Tabelle 4.2 zeigt, dass die Koerzitivfeldstärke für den unbehandelten Fall am geringsten ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Oxidschicht auf dem GaAs eine Durchmischung des Eisens mit dem Substratmaterial verhindert. Für den vorgesputterten und den geheizten Fall muss man von einer Durchmischung von GaAs und Eisen an den Grenzflächen ausgehen, was zu einer Verspannung des Eisenfilms führen kann. Dies ist bei Eisenwachstum auf Galliumarsenid immer der Fall, allerdings werden die Verspannungen noch verstärkt durch die Gallium angereicherte Oberfläche und die Morphologie der Substratoberfläche. Solche Verspannungen können aufgrund des magnetoelastischen Effektes die Koerzitivfeldstärke vergrößern und die Sättigungsmagnetisierung reduzieren [73]. Dies ist auch bei den untersuchten Eisenfilmen der Fall. Ein weiterer Grund liegt in der Morphologie der Schichten; die Inselgrößen haben einen Einfluss auf die Koerzitivfeldstärke. Im Fall des Eisens auf dem geheizten GaAs-Substrat wirkt sich die große Inselgröße, wie sie in den STM-Aufnahmen zu erkennen sind, auf eine Vergrößerung der Koerzitivfeldstärke aus.

Das Auftreten der uniaxialen Anisotropie liegt in der chemisch zweizähligen GaAs(001)-Oberfläche begründet [4]. Für das unbehandelte GaAs ist diese Anisotropie daher am geringsten. Der Eisenfilm auf dem geheizten GaAs-Substrat zeigt eine geringere uniaxiale Anisotropie, als auf vorgesputtertem Eisen. Die stärkste Kristallanisotropie wird für den vorgesputterten Eisenfilm gemessen. Die schlechte Morphologie des geheizten GaAs (siehe Kap.4.2.1) bewirkt eine geringere Kristallanisotropie des Eisenfilms, da analog zur Koerzitivfeldstärke die großen Strukturen die Kristallanisotropie der Eisschicht schwächt.

In Hinblick auf optimale magnetische Eigenschaften der Eisenfilme wurden die Wachstumsbedingungen auf unterschiedlich präpariertem GaAs untersucht. Da die Kristallanisotropie als Maß der kristallinen Güte den höchsten Wert 31800J/m^3 für den vorgesputterten Fall hat, werden alle weiteren Untersuchungen auf vorgesputtertem Substrat durchgeführt.

Fe auf GaAs:	unbehandelt	vorgesputtert	geheizt	Vol. Fe
Koerzitivfeldstärke [mT]	0,8	1,7	5,6	
Sät.magn. M_S [10^3emu/cm^3]	1,4	1,1	1,7	1,7
Kristallaniso. K_{Kristall} [J/m^3]	25600	31800	17800	48000
uni. Aniso. K_{uniaxial} [J/m^3]	190	4700	1900	

Tabelle 4.2: Vergleich der magnetischen Eigenschaften von 100\AA dicken Eisenfilmen auf unbehandeltem, vorgesputtetem und geheiztem GaAs-Substrat; zum Vergleich die Werte für Volumeneisen [74].

4.2.3 Schichtdickenvariation der Eisenfilme

Die Eisenschichten auf dem vorgesputterten GaAs Substrat werden im Folgenden Abschnitt näher betrachtet. Es soll untersucht werden, ab welcher Schichtdicke die Schichten geschlossen aufwachsen und wie sich die Sättigungsmagnetisierung, die Kristall- und die uniaxiale Anisotropie mit der Schichtdicke ändern. Das magnetische Moment soll schichtdickenabhängig bestimmt werden, um zu klären, ob die ersten Monolagen kein magnetisches Moment besitzen. Die Anzahl dieser sogenannten magnetisch toten Lagen [75] wird bestimmt. Dazu werden Eisenschichten der Dicke 10Å, 20Å, 30Å und 50Å hergestellt und untersucht.

Anhand der LEED-Bilder (Abb.4.6) erkennt man erste Reflexe bereits ab einer Eisenschichtdicke von 10Å. Dünnere Eisenschichten wurden nicht untersucht. Auf dem vorgesputtertem GaAs wachsen die dünnen Eisenfilme bereits epitaktisch auf.

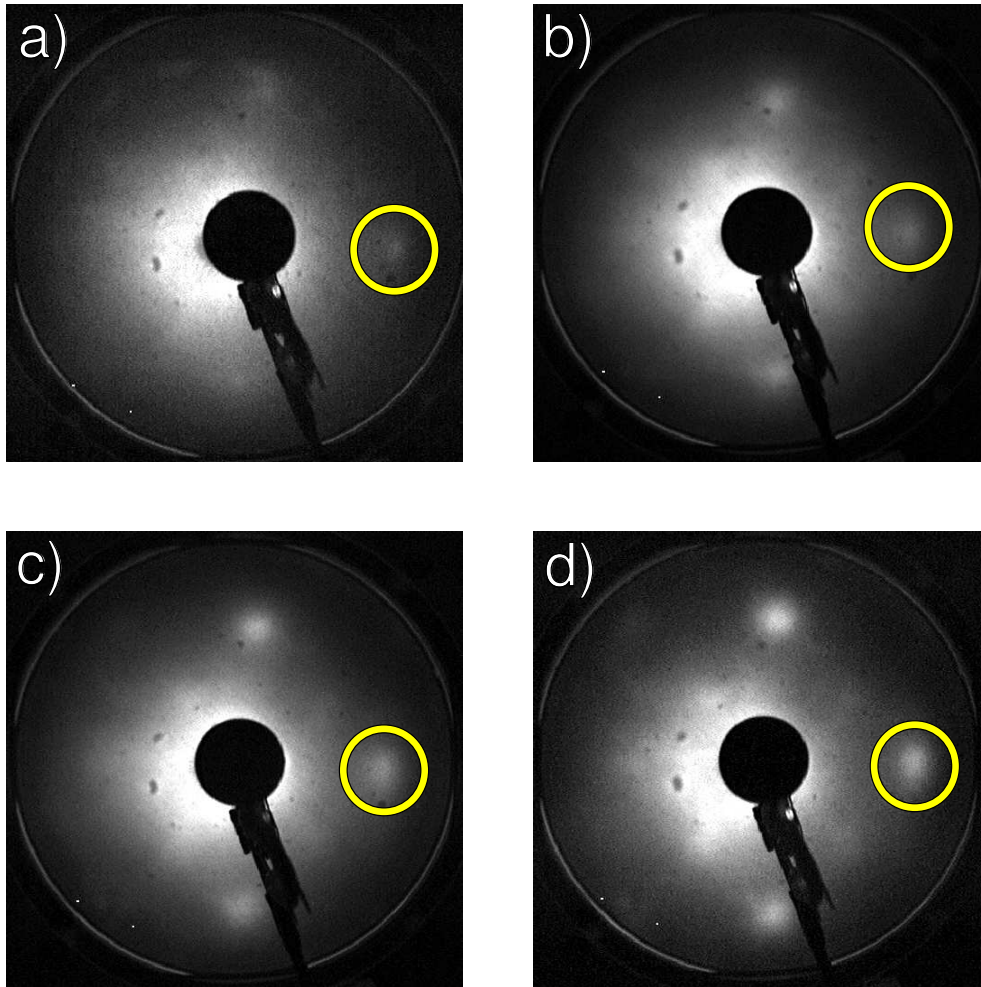


Abb. 4.6: LEED Aufnahmen ($E=110\text{eV}$) von a) 10\AA , b) 20\AA , c) 30\AA und d) 50\AA dicken Eisenfilmen auf vorgesputtertem GaAs. Erste Reflexe erkennt man ab einer Schichtdicke von 10\AA . Auf dem vorgesputterten GaAs wachsen also bereits die ersten Monolagen des Eisens epitaktisch auf.

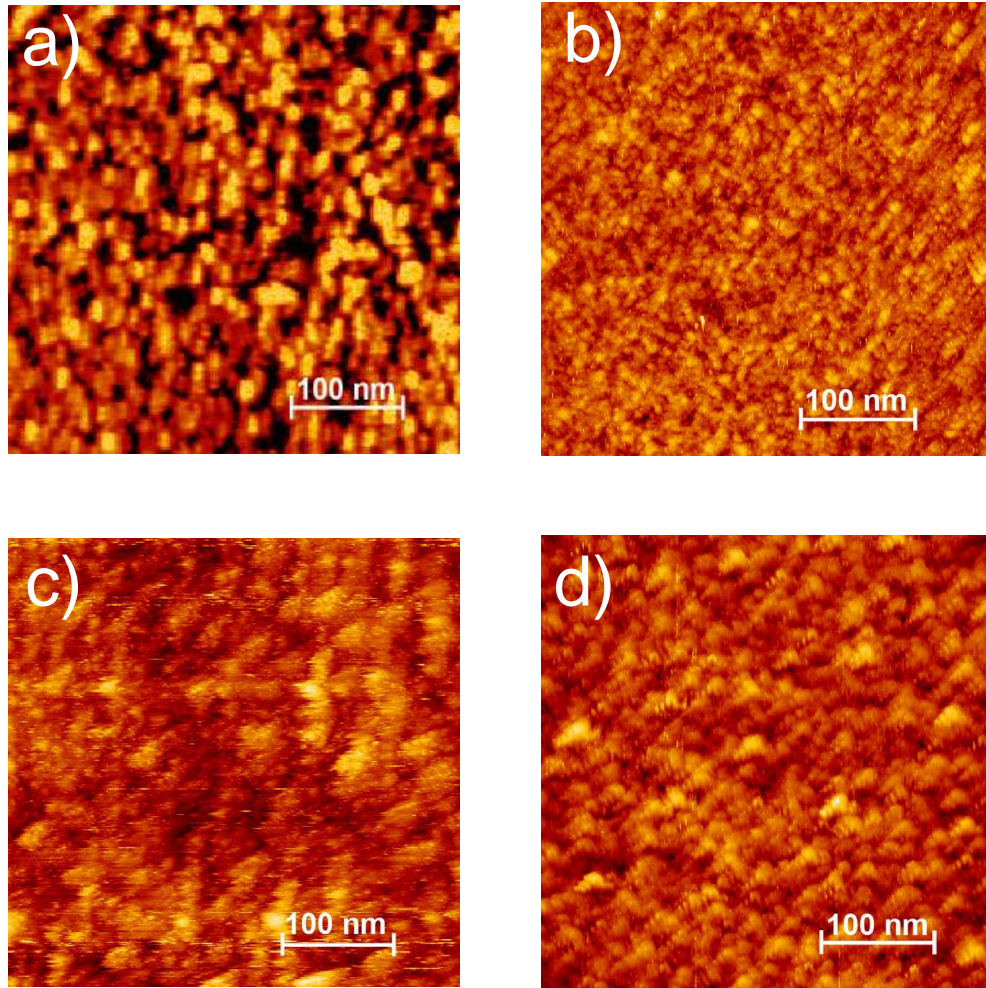


Abb. 4.7: STM Aufnahmen von Eisenfilmen der Dicke: a) 10Å: Höhenunterschied (von schwarz bis hellgelb) $\Delta h=20\text{\AA}$, RMS-Rauigkeit $\sigma = 7\text{\AA}$; b) 20Å: $\Delta h=15\text{\AA}$, $\sigma = 4\text{\AA}$; c) 30Å: $\Delta h=20\text{\AA}$, $\sigma = 6\text{\AA}$; d) 50Å: $\Delta h=10\text{\AA}$, $\sigma = 7\text{\AA}$. Es ist kein klarer Zusammenhang zwischen der Schichtdicke und der Morphologie der Schichten zu erkennen.

In den STM-Bildern (Abb.4.7) sieht man keinen deutlichen Zusammenhang zwischen der Oberflächenbeschaffenheit der Schichten und der Schichtdicke. Die Eisenfilme haben eine hohe Rauigkeit $\sigma \approx 7\text{\AA}$, die auch bei größeren Schichtdicken nicht geringer wird. Der Höhenunterschied (von schwarz bis hellgelb) beträgt bei allen Schichten $\Delta h \approx 20\text{\AA}$. Dies bedeutet, dass die gesputterten Eisenschichten der Dicke 10Å und 20Å keinen geschlossenen Film bilden können. Wie man im Folgenden sehen wird, sind diese Schichten aber trotzdem magnetisch. Diese dünnen Schichten bilden zwar keine geschlossenen Filme, was auf die nicht perfekt glatten

Substratoberflächen zurückzuführen ist, aber die einzelnen Inseln zeigen magnetisches Verhalten. Die Partikel sind über die Austauschwechselwirkung magnetisch perkoliert und es findet über den gesamten Film eine Kopplung statt, was zu einem resultierenden Magnetismus der dünnen Eisenschicht führt.

Mit Hilfe von SQUID-Messungen wurde durch Extrapolation untersucht, ob und in welchem Umfang dieses Wachstum der ionenstrahlgesputterten Eisenfilme magnetisch tote Lagen verursacht. Die Sättigungsmagnetisierung in Abhängigkeit von der Temperatur ist in Abb.4.8 dargestellt. Experimentell zugänglich war der Temperaturbereich von 10K bis 400K. Für die 10Å Eisenprobe erkennt man am besten, dass die Curietemperatur reduziert ist $T_C \sim 400\text{-}450\text{K}$. Die einzelnen Eisenschichten haben eine unterschiedliche Curietemperatur, was den unterschiedlichen Temperaturverlauf erklärt. Um die unterschiedlichen Curietemperaturen nicht berücksichtigen zu müssen, wird die Extrapolation am Temperatur-Nullpunkt 0K durchgeführt. Abb.4.9 zeigt das magnetische Moment in Abhängigkeit der Schichtdicke bei unterschiedlichen Temperaturen. An die Messungen bei 10 K wurde die Kurve angefitet, da diese Messung am nächsten zum absoluten Nullpunkt liegt. Daraus ergibt sich eine Schichtdicke von $\approx 2,8\text{Å}$, also zwei Monolagen des Eisens, die nicht zum magnetischen Moment der Eisenfilme beiträgt. Man bezeichnet dies als magnetisch tote Lagen und sie sind auf eine Durchmischung der gesputterten Eisenatome mit dem GaAs zurückzuführen. An der Grenzfläche GaAs/Fe kommt es zu nicht ferromagnetischen Fe-GaAs-Legierungen [76]. Bei MBE Fe/GaAs-Schichten werden 0 [68] bis 40 [77] Monolagen Eisen als magnetisch tote Lagen gefunden. Im Vergleich sind die magnetisch toten Lagen in ionenstrahlgesputterten Schichten auf zwei Monolagen reduziert. Wenn man zurück an die Morphologie des vorgesputterten GaAs denkt (Kap.4.1), dann entsprechen die zwei Monolagen in etwa der RMS-Rauigkeit $\sigma_{RMS} \approx 4\text{Å}$ der GaAs-Oberfläche.

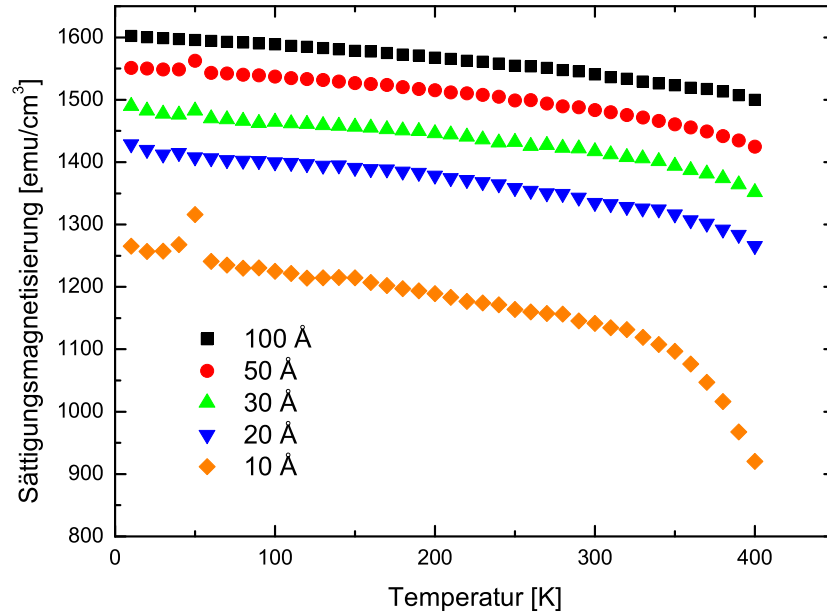


Abb. 4.8: Sättigungsmagnetisierung der gesputterten Schichten in Abhängigkeit von der Temperatur für unterschiedliche Schichtdicken. Für 10 Å sieht man schon die Abnahme der Sättigungsmagnetisierung mit höher werdender Temperatur. Die Sättigungsmagnetisierung nimmt mit der Schichtdicke zu. Der Sprung bei 50 K ist ein Messartefakt, der durch den Phasenübergang des Sauerstoffes bei 50 K verursacht wird.

Um die Werte der kubischen Kristallanisotropie F_{Kristall} , der uniaxialen Anisotropie F_{uniaxial} und der Sättigungsmagnetisierung M_s in Abhängigkeit von der Schichtdicke zu ermitteln, wurden winkelabhängige FMR-Messungen durchgeführt (siehe Kap 3.3.3). Mit Hilfe des Programmes Mokesim [60] können die Daten nach Gl. 3.10 angefitet und so die Werte für F_{Kristall} , F_{uniaxial} und M_s ermittelt werden. Abb. 4.10 zeigt die Messungen an den unterschiedlich dicken Eischichten in Rohdatenform. Die Probe wurde so auf dem Messstab befestigt, dass der Winkel 0° in den Messkurven einer harten Achse in der Ebene der Probe entspricht. Beim Befestigen der Probe auf dem Messtab kann es zu einer Verkipfung der Probe aus der harten Achse heraus kommen. Dies verursacht eine Verschiebung der Messkurve um wenige Grad (Abb. 4.10c)).

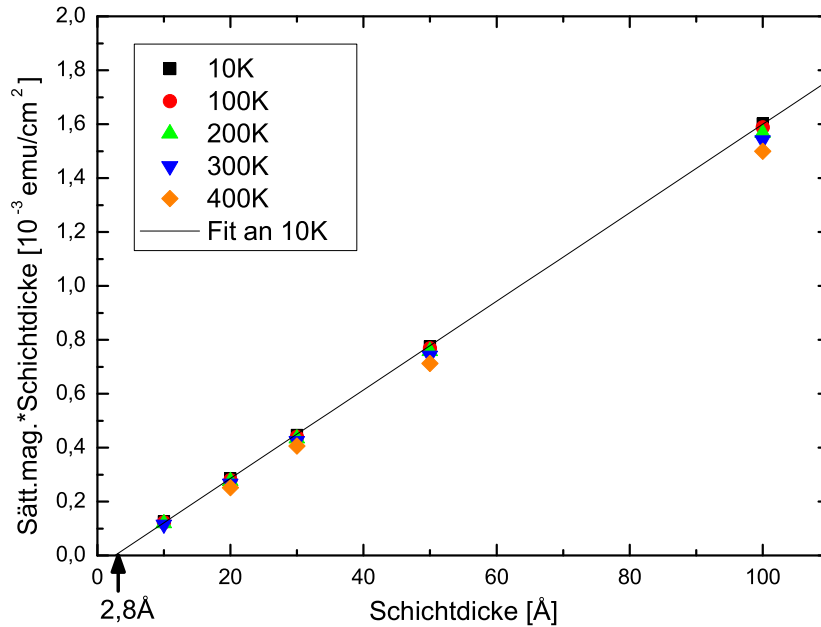


Abb. 4.9: Sättigungsmagnetisierung der gesputterten Schichten in Abhängigkeit von der Eisenschichtdicke bei unterschiedlichen Temperaturen. Die Eisenlagen bis $\leq 2,8\text{\AA}$ tragen nicht zum magnetischen Moment bei. Die ersten beiden Monolagen Eisen sind magnetisch tote Lagen.

Die Winkelabhängigkeit des Resonanzfeldes ist für alle Schichten deutlich zu erkennen. Das Resonanzfeld in harter Achse (0° , 90° , 180°) ist größer als in leichter Achse (45° , 135°). Die Kurvenform ändert sich stark mit zunehmender Eisenschichtdicke: Für die 10\AA Eisenschicht (Abb.4.10a)) sind winkelabhängige Änderungen sehr verrauscht. Die Intensitäten der Resonanzpeaks sind schwach. Dies liegt an der geringen Eisendicke, hier muss jetzt auch noch die obere Grenzfläche zur Aluminiumabdeckschicht berücksichtigt werden. Auch an der Al/Fe Grenzfläche kann man analog von einer Durchmischung ausgehen. Die LEED und STM Untersuchungen zeigten bereits keinen geschlossenen Eisenfilm für diese 10\AA Dicke, der trotzdem eine langreichweitige magnetische Ordnung hat. Man kann erkennen, dass das Resonanzfeld im Gegensatz zu allen anderen Schichtdicken in harter Achse (0°) kleiner ist als in der leichten Achse, dies wird bei

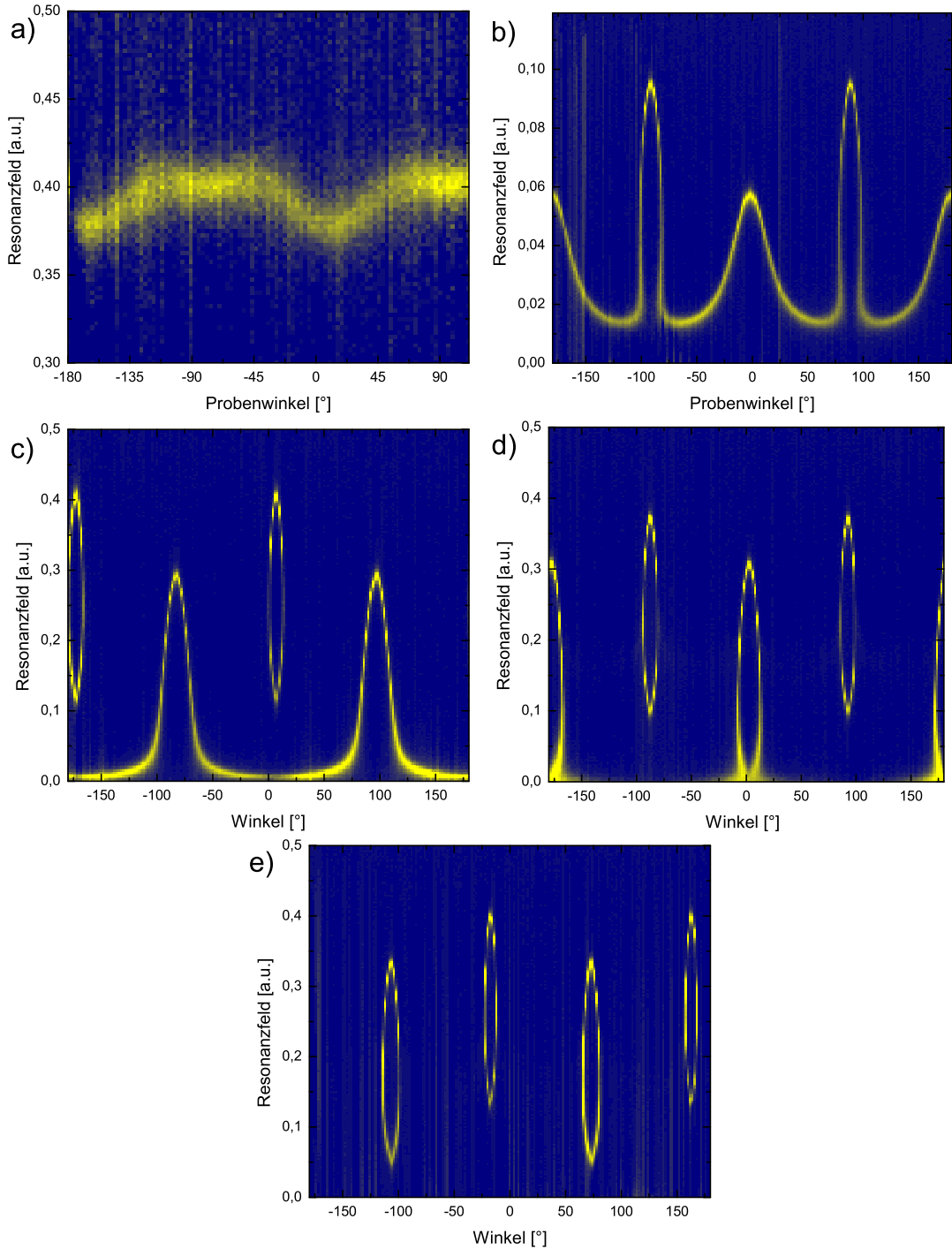


Abb. 4.10: Reflektionskoeffizient S_{11} als Funktion des Probenwinkels und der Magnetfeldstärke bei 8,08 GHz. Die Signalstärke wird über den Farbton dargestellt. Je stärker die Intensität des Resonanzpeaks, um so heller ist die Farbe. Auf vorgesputtertem GaAs befinden sich Eisenschichten der Dicke a) 10 Å, b) 20 Å, c) 30 Å, d) 50 Å und e) 100 Å. Durch die großen Werte von F_{Kristall} treten ab einer Schichtdicke ≥ 30 Å bei der Anregungsfrequenz von 8,08 GHz Loopings auf. Bei der 100 Å Probe fällt eine Verschiebung der Position der Loopings um 10° auf; dies ist eine Justageunsicherheit beim Einbau der Probe.

Bayreuther auch beobachtet und mit einer Drehung der uniaxialen Anisotropie erklärt [4]. Ebenso kann man neben der Kristallanisotropie den Einfluss der uniaxialen Anisotropie erkennen. Die Amplituden der Minima bei 0° und bei 90° sind unterschiedlich. Die leichte Richtung der uniaxialen Anisotropie liegt in $[-110]$ -Richtung (0°), also der magnetisch harten Achse der Kristallanisotropie des Eisenfilms. Bei der 20\AA dicken Eisenschicht (Abb.4.10 b)) erkennt man den Einfluss der uniaxialen Anisotropie sehr deutlich, was aus den unterschiedlichen Amplituden der Maxima bei 0° und 90° und den gleichen Amplituden der Minima bei 45° und 135° zu sehen ist. Die Kristallanisotropie steigt mit zunehmender Schichtdicke an. Für einen 30\AA dicken Film ist diese Anisotropie schon so groß, dass für die Resonanzfrequenz von 8GHz sogenannte Loopings (siehe unten) auftreten. Für die dünneren Eisenschichten würde man Loopings bei geringeren Resonanzfrequenzen feststellen. Während die Kristallanisotropie je dicker die Eisenschicht ist, immer größer wird, nimmt die uniaxiale Anisotropie ab. Da die uniaxiale Anisotropie eine Grenzflächenanisotropie ist und auf der Grenzfläche Substrat GaAs zu Eisen beruht, ist das auch zu erwarten. Bereits bei 50\AA dickem Eisen findet man auch in $[-110]$ -Richtung Loopings.

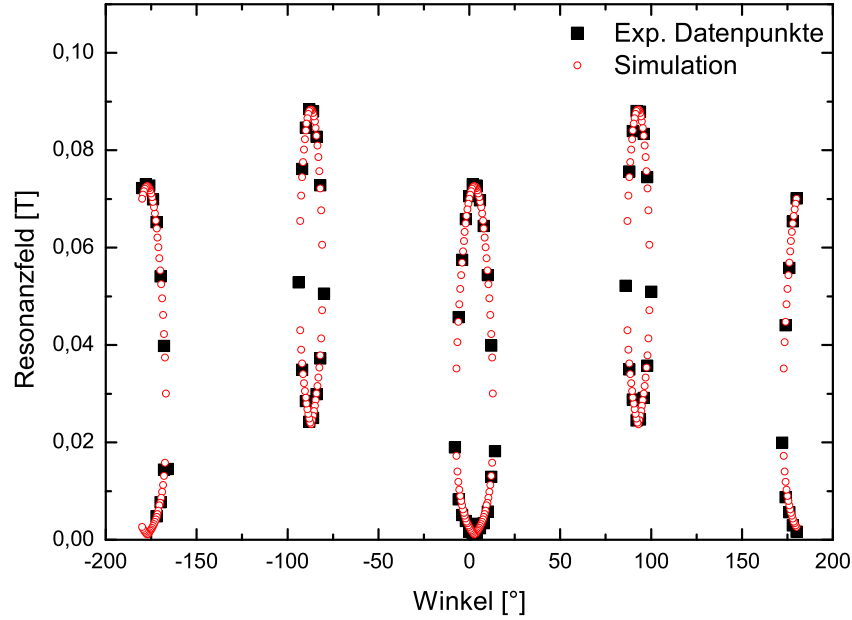


Abb. 4.11: Winkelabhängige FMR-Messung und Simulation der 50Å Eisenschicht. Der Winkel 45° entspricht einer leichten Achse [100] des Eisenkristalls.

Zum besseren Verständnis des Phänomens der Loopings wird Abb.4.11 betrachtet. Die aus den Einzelspektren bestimmten Resonanzfelder sind mit schwarzen Quadraten dargestellt. Die Simulation ist als roter Ring dargestellt, sie kann die gemessenen Daten gut wiedergeben. Aus der Simulation [60] werden die Werte für Anisotropien und Sättigungsmagnetisierung bestimmt. Bei der verwendeten Anregungsfrequenz von 8,08GHz treten für die winkelabhängigen Messungen nur in einem schmalen Winkelbereich um die harte Achse (0°) Resonanzpeaks auf. Bei gleichem Probenwinkel treten zwei Resonanzpeaks auf, der Abstand der Resonanzfelder variiert mit dem Winkel. Durch das Auftragen des Reflektionskoeffizienten in Abhängigkeit des Probenwinkels und des Resonanzfeldes ergeben sich Ellipsen, sogenannte Loopings. Betrachtet man den Verlauf der Resonanzfrequenz als Funktion des angelegten Feldes (Abb.4.12) für unterschiedliche in-plane Probenwinkel, ist das Auftreten der Loopings einfach zu verstehen: An den Schnittpunkten der Kurvenschar mit 8,08GHz ergeben sich die Resonanzfeldpeaks.

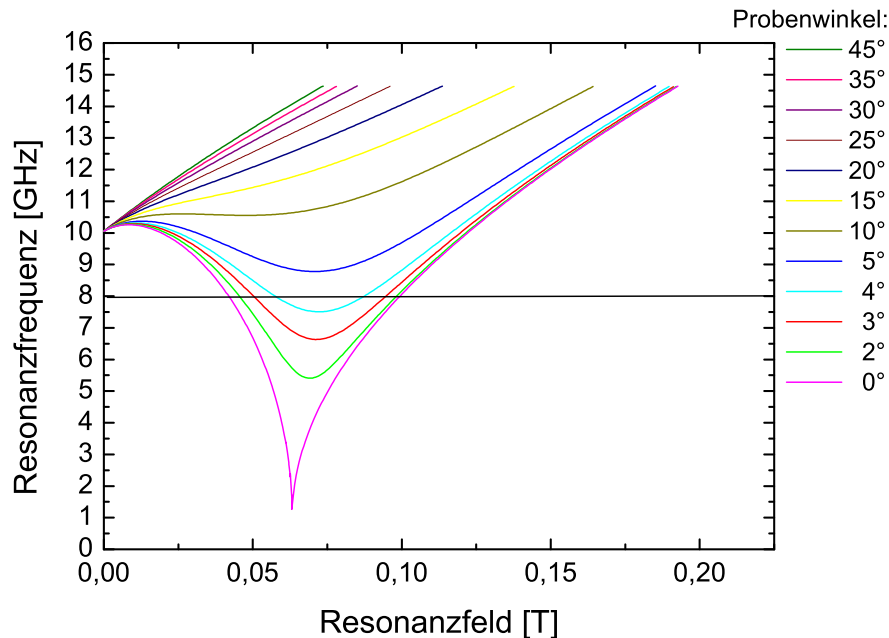


Abb. 4.12: Simulation: Resonanzfrequenz in Abhängigkeit vom angelegten Magnetfeld für unterschiedliche Probenwinkel. Bei einer Anregungsfrequenz von 8GHz ist die Resonanzbedingung nur in einem Winkelbereich um die harte Achse (0°) erfüllt. Zwischen 4° und 5° verschwindet der Resonanzpeak.

Bei Ausrichtung der Probe in einer leichten Achse des Eisens (in den Abb.: Probenwinkel 45°) in Richtung des externen Magnetfeldes ist die Probe für alle externe Magnetfelder gesättigt. Wird die Probe um 45° verdreht (in den Abb.: Probenwinkel 0°), zeigt eine harte Achse in die Richtung des externen Magnetfeldes. Die Probe ist dann für kleine externe Felder nicht gesättigt. Ist das externe Magnetfeld gleich dem Anisotropiefeld der Probe, zeigt der Kurvenverlauf ein Minimum (Abb.4.12 Probenwinkel 0° - 5°). Die Probe ist ab diesem Magnetfeldwert gesättigt. Die Tiefe des Minimums hängt stark vom Probenwinkel ab (vgl. Probenwinkel 0° und 5°). Bei einer Anregungsfrequenz von 8GHz und einem Probenwinkel von 0° gibt es für zwei Magnetfelder ($0,04\text{T}$ und $0,10\text{T}$) eine Resonanzbedingung. Wird die reflektierte Leistung als Funktion des angelegten Feldes gemessen, findet man zwei Peaks im Spektrum. Der Abstand der Resonanzfelder hängt empfindlich vom

Probenwinkel ab. Ein Verdrehen der Probe verändert die Resonanzbedingungen und die Peaks wandern aufeinander zu, bis sie nicht mehr unterscheidbar sind. Bei größerem Verdrehen der Probe (bei einer Anregungsfrequenz von 8GHz ist das der Winkel von 5°) kann keine Resonanzbedingung mehr gefunden werden. Abb.4.13 zeigt die aus den winkelabhängigen FMR-Messungen bestimmte Kristallanisotropie K_K , die uniaxiale Anisotropie K_u und die Sättigungsmagnetisierung M_S in Abhängigkeit von der Eisenschichtdicke. Während die Kristallanisotropie mit der Schichtdicke zunimmt, reduziert sich die uniaxiale Anisotropie. Eine Ausnahme bildet die 10\AA Schicht. Wie bereits oben erklärt, sind diese Werte sehr fehlerbehaftet und werden deshalb nicht weiter berücksichtigt. Da die Kristallanisotropie ein Volumeneffekt ist, ist diese Zunahme leicht zu verstehen. Allerdings erreicht die Stärke der Kristallanisotropie dieser gesputterten Eisenfilme nur 66% der Stärke, die bei mittels Molekularstrahlepitaxie hergestellten Eisenfilmen [79] ermittelt wird. Die Sättigungsmagnetisierung nimmt ebenfalls mit der Schichtdicke zu. Die uniaxiale Anisotropie ist eine Grenzflächenanisotropie; sie ist auf eine Verbindung des Substrats GaAs mit dem Eisen zurückzuführen. Sie verliert daher mit zunehmender Schichtdicke an Bedeutung. Die gemessene Anisotropie nimmt mit der Schichtdicke ab, sie ist eine effektive Anisotropie, die sich aus der Volumenanisotropie K_{Vol} und der Grenzflächenanisotropie K_u zusammensetzt:

$$K_{u,eff} = K_{Vol} + \frac{K_u}{d} \quad (4.1)$$

Um die absolute uniaxiale Anisotropie für die gesputterten Schichten zu ermitteln, muss die effektive Anisotropie multipliziert mit der Schichtdicke gegen die Schichtdicke aufgetragen werden. Der Achsenabschnitt Abb.4.13b) ist dann die uniaxiale Anisotropie der Fe/GaAs-Grenzfläche.

Aus der Breite der Resonanzlinie lässt sich qualitativ eine Aussage über die Güte der Schicht treffen. Aus den Messungen der ferromagnetischen Resonanz wird die Linienbreite ΔB (FWHM) der Resonanzkurven ermittelt (siehe Kap.3.3.3). Die Linienbreiten, die in Abb. 4.14a) als Funktion der Frequenz dargestellt sind, sind im Vergleich zu anderen gesputterten [67, 81] mit $\Delta B=2,66\text{mT}$ ($\nu = 9,73\text{GHz}$, 100\AA) sehr gering. Dies bestätigt eine hohe Güte der Schicht. Denn je schmaler die Linienbreite, desto weniger magnetische Defekte weist der Kristall auf.

Aus der Frequenzabhängigkeit der Linienbreite kann der intrinsische Dämp-

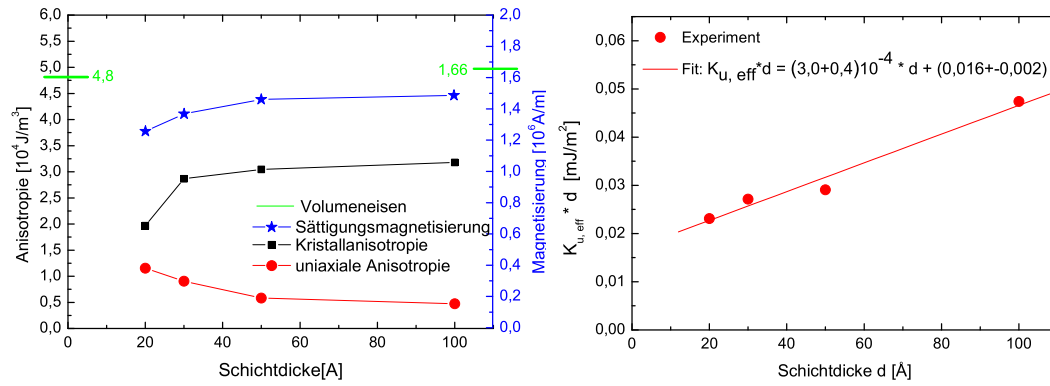


Abb. 4.13: links: Abhängigkeit der Kristallanisotropie (schwarz), der uniaxialen Anisotropie (rot) und der Sättigungsmagnetisierung (blau) von der Schichtdicke des Eisens: Die Kristallanisotropie ist eine Volumenanisotropie und nimmt mit zunehmender Eisendicke zu; die uniaxiale Anisotropie ist eine Grenzflächenanisotropie und nimmt mit größer werdender Eisendicke ab; Sättigungsmagnetisierung der Eisenfilme nimmt mit der Eisenschichtdicke zu; rechts: zur Bestimmung der absoluten uniaxialen Anisotropie: aus dem Achsenabschnitt wird bestimmt $K_u = 0,016 \pm 0,002 \text{ mJ/m}^2$

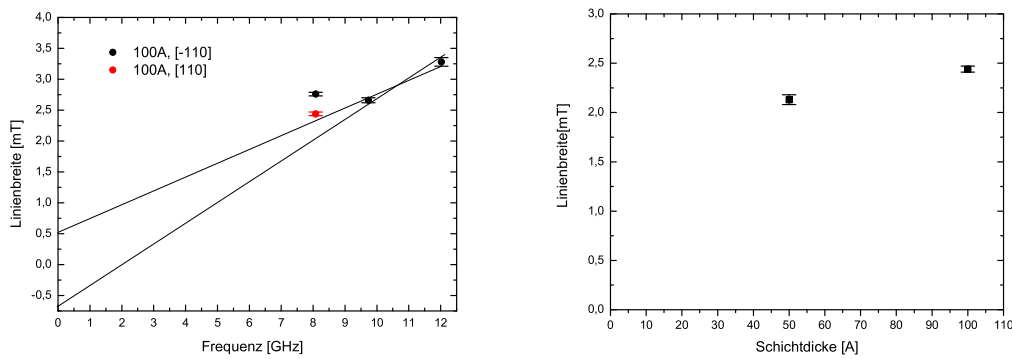


Abb. 4.14: links: Frequenzabhängigkeit der Linienbreite: Der Achsenabschnitt ist der extrinsische Anteil der Linienbreite $\Delta B_0 = (0,16 \pm 0,48) \text{ mT}$. Aus der Steigung erhält man den Dämpfungsparameter $\alpha = (4,48 \pm 0,81) \cdot 10^{-3}$. rechts: Abhängigkeit der Linienbreite von der Schichtdicke: die Linienbreiten nehmen mit der Schichtdicke zu.

fungparameter ermittelt werden. Man muss berücksichtigen, dass in der gemessenen, realen Linienbreite ein nichtintrinsischer Beitrag enthalten ist (siehe Kap.3.3.3 Gl.3.10). Bei der Bestimmung werden die Linienbreiten bei 8,08GHz nicht berücksichtigt, da die Linienbreite in die [110]-Richtung nicht mit denen der [-110] übereinstimmen. Bei dieser Frequenz sind Teile der Probe noch nicht gesättigt. Der Achsenabschnitt ist der extrinsische Anteil der Linienbreite $\Delta B_0 = (0,16 \pm 0,48)\text{mT}$ (Abb.4.14a)). Aus der Steigung wird der Gilbert Dämpfungsparameter $\alpha = \gamma \Delta B / 2\nu$ mit $\gamma = 29,4\text{GHz/T}$ für Eisen bestimmt: $\alpha = 0,0045 \pm 0,0008$.

Der niedrigste bisher bestimmte Gilbert Dämpfungsparameter wurde an idealen Einkristallen, sogenannten Fe-whiskers, gefunden $\alpha = 0,002$ [82]. Die typischen Werte für Fe(001) auf GaAs(001) sind $\alpha = 0,004$ [83]. Der Gilbert-Dämpfungsparameter für die ionenstrahlgesputterten Eisenschichten sind durchaus mit MBE Eisenschichten vergleichbar.

Erstaunlich sind die Ergebnisse der Schichtdickenabhängigkeit (Abb.4.14b)), die Linienbreite wird mit abnehmender Schichtdicke geringer. In der Literatur wird allerdings von einem Anstieg der Linienbreite mit abnehmender Schichtdicke d z.B. bei Fe(001) auf Cu(001)[84] und Fe(100) auf Ag(100) [83] berichtet. Diese 1/d-Abnahme mit der Schichtdicke wird auf den starken Oberflächeneinfluss zurückgeführt, da bei MBE hergestellten Filmen eine langreichweitige Rauigkeit vorliegt. Im Gegensatz dazu wird bei den ionenstrahlgesputterten Filmen eine sehr kurzreichweitige Rauigkeit der Oberfläche festgestellt (siehe Kap.4.2.1), aufgrund dessen der Oberflächeneinfluss auf die Linienbreite nicht merkbar ist. Ein ähnliches Verhalten der Linienbreite wurde auch an Fe auf GaN(0001) gefunden [80].

Aus den bisherigen Untersuchungen konnten gute magnetische Volumeneigenschaften der gesputterten Eisenschichten gefunden werden: Die gesputterten Eisenfilme auf vorgesputtertem GaAs weisen nur 2 Monolagen Eisen als magnetisch tote Lagen auf. In [77] werden an MBE gewachsenen Eisenfilmen bis zu 40 Monolagen Eisen als magnetisch tote Lagen gefunden. Die geringen Linienbreiten bei den winkelabhängigen FMR-Messungen verdeutlichen die guten Volumeneigenschaften der gesputterten Eisenfilme. Dies wird auch durch die Stärke der Kristallanisotropie und der ermittelten Sättigungsmagnetisierung bestätigt.

Es wurde bis jetzt gezeigt, dass das Ionenstrahlputtern zu Schichten mit guten Volumeneigenschaften des Eisens führt. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit sollen basierend auf den untersuchten Eisenschichten Dreilagensysteme wie Fe/Cr/Fe und Fe/MgO/Fe hergestellt und untersucht werden.

4.3 Antiferromagnetische Zwischenschichtaustauschkopplung an gesputterten Fe/Cr/Fe-Systemen

Aus den bisherigen Untersuchungen an GaAs und an GaAs/Fe sind jetzt optimale Präparationsbedingungen für das Substrat GaAs bekannt. Zunächst wird unter Nutzung dieser Kenntnisse ein in Jülich seit langem etabliertes [3] Fe/Cr/Fe Dreilagenschichtsystem hergestellt und charakterisiert. Dazu werden $100\text{\AA}\text{Fe}/7\text{-}37\text{\AA}\text{Cr}/50\text{\AA}\text{Fe}$ Schichten auf vorgesputtertem GaAs aufgewachsen. Die Eisenschichten werden wie zuvor mit einer Sputterrate von $0,3\text{\AA}/\text{s}$ deponiert. Die Proben werden während des Herstellungsprozesses rotiert, um eine homogene Beschichtung und damit homogene magnetische Eigenschaften der Proben zu gewährleisten. Da die Chromschichten mit einer Dicke von $7\text{-}37\text{\AA}$ relativ dünn sind, werden diese bei einer Sputterrate von $0,1\text{\AA}/\text{s}$ deponiert.

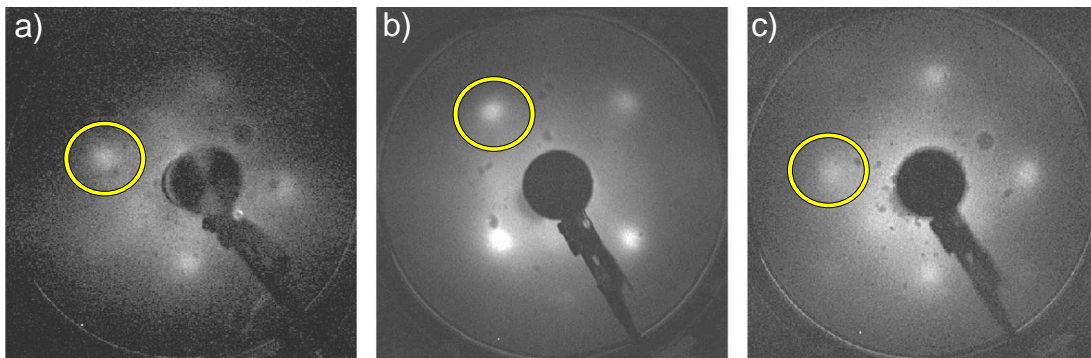


Abb. 4.15: a) 100\AA Eisen wächst auf GaAs epitaktisch auf ($E=107\text{eV}$); b) die Zwischenschicht 15\AA Cr wächst kristallin auf dem Eisen auf ($E=104\text{eV}$), die LEED-Aufnahme ist um 45° verdreht, da der Probenhalter verdreht war; c) auf der gesputterten Cr-Schicht folgt eine 50\AA Eisenschicht ($E=110\text{eV}$).

Die in Abb.4.15 dargestellten LEED-Aufnahmen der gesputterten Schichten zeigen einkristallines Wachstum der Schichten. Die Aufnahme der ersten Eisenschicht zeigt erkennbare LEED-Spots, die eine kristalline Struktur des Eisens dokumentieren. Nach dem Deponieren der Chromschicht erkennt man ein Beugungsbild mit schärferen Reflexen. Die Chromoberfläche hat eine gute kristalline Ordnung. Diese Kristallordnung wird auch für die obere Eisenschicht übernommen. Im Vergleich ist das Beugungsbild der oberen Eisenschicht ausgeprägter als das der unteren Eisenschicht. Man kann also daraus schließen, dass das Eisenwachstum auf der Chromschicht verbessert wird gegenüber dem Eisenwachstum auf dem GaAs-Substrat

Bei verschiedenen Dicken der Chromschicht wird aus Messungen von MOKE-Hystereseschleifen des Schichtsystems die Stärke der Zwischenschichtkopplung bestimmt. Das Vorliegen einer antiferromagnetischen Kopplung erkennt man aus dem Verlauf der Kurve (Abb.4.16). Dies bestätigt die Güte der Schichtsysteme. Wären die Schichten zu rau oder die Durchmischung an den Grenzflächen Fe/Cr bzw. Cr/Fe zu stark, würde man eine 90° Kopplung oder gar keine Kopplung finden. Jedoch kann die Kopplungsstärke durch die Rauigkeit der Schichten und durch die Interdiffusion reduziert sein.

Die Werte der Kopplungskonstante der bilinearen Kopplung J_1 und der biquadratischen Kopplung J_2 (siehe Kap.2.4) lassen sich durch Simulation [60] dieser Hysteresen bestimmen. Bei großen angelegten Feldern sind beide Schichtmagnetisierungen parallel. Die Kopplung zwischen den Ferromagneten ist dann aufgebrochen. Als konkretes Beispiel betrachtet man detailliert den Verlauf der Hystereseschleife (Abb.4.16) vom negativen zum positiven angelegten äußeren Magnetfeld (von links nach rechts). Bei einem angelegten Magnetfeld, das größer ist als das Sättigungsfeld ($\leq -0,025\text{T}$), zeigen Magnetfeld und beide Schichtmagnetisierungen also in die gleiche Richtung. Aus der Sättigung heraus verkannten sich die Ausrichtungen der Magnetisierungen der oberen und der unteren Eisenschicht leicht zur Magnetfeldrichtung, wobei die dickere Schicht aufgrund der Zeemanenergie eher in Feldrichtung ausgerichtet bleibt. Ab einem bestimmten angelegten Feld ($> -0,01\text{T}$) dominiert die Kopplung. Beide Magnetisierungen sind dann antiparallel zueinander ausgerichtet. Die Magnetisierung der dickeren

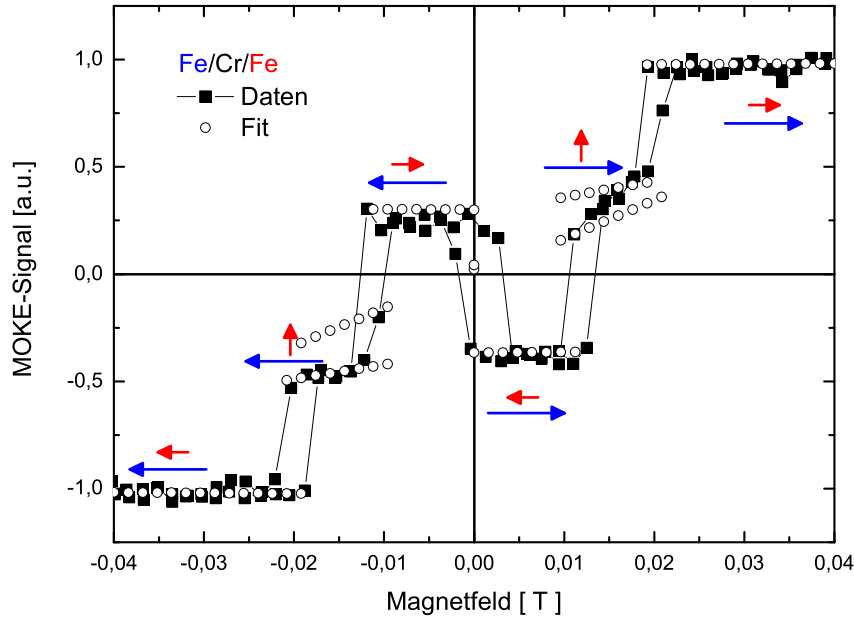


Abb. 4.16: Hystereseschleife eines antiferromagnetisch gekoppelten 100Å Fe/13Å Cr/50Å Fe-Schichtsystems. Die Probe ist so positioniert, dass eine leichte Achse in Richtung des externen Magnetfeldes ausgerichtet ist. Der große, blaue Pfeil gibt die Magnetisierungsrichtungen der unteren, dickeren Eisenschicht an, der kleine, rote Pfeil steht für die obere, dünnere Eisenschicht.

Schicht zeigt in Feldrichtung. Wechselt das äußere Feld die Richtung, drehen sich alle Magnetisierungen (bei 0T) um 180°. Wird das Magnetfeld über den Wert null hinaus in die andere Richtung erhöht (0,01T), folgt die Magnetisierung der dickeren Schicht dem angelegten Magnetfeld. Da die beiden Schichten antiparallel gekoppelt sind, dreht sich auch die Magnetisierung der oberen Eisenschicht. Wird das äußere Feld stärker, bricht die antiparallele Ausrichtung der Schichtmagnetisierung auf (0,015T), bis bei dem Sättigungsfeld ($\geq 0,025T$) eine parallele Ausrichtung erfolgt. Bei genauer Betrachtung der MOKE-Kurve fällt auf, dass das MOKE-Signal nicht punktsymmetrisch zum Ursprung verläuft. Dies ist auf quadratische MOKE-Effekte zurückzuführen [85].

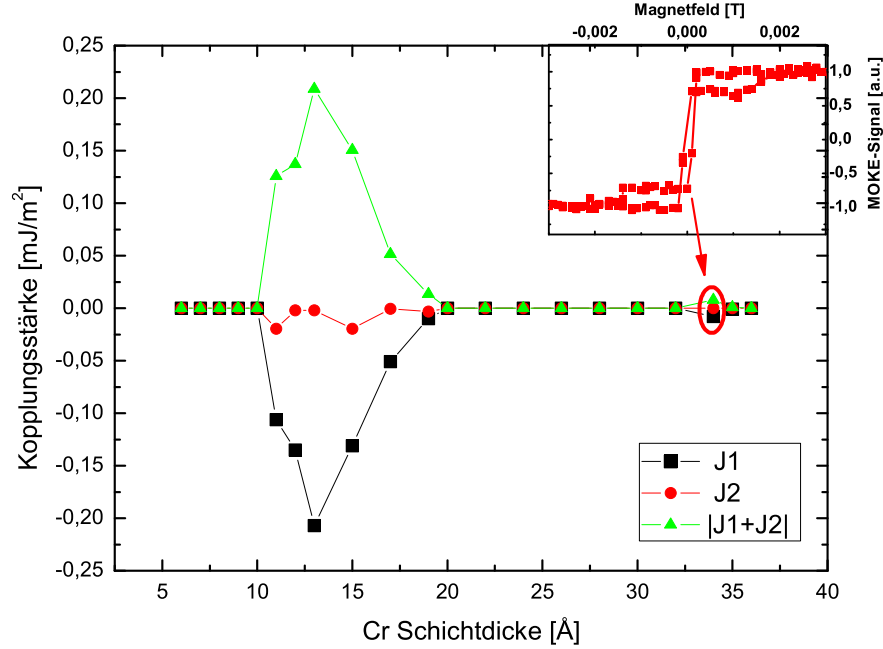


Abb. 4.17: Kopplungsstärke als Funktion der Cr-Zwischenschichtdicke.

Die MOKE-Kurven werden mittels des Auswertungsprogramms [60] unter Berücksichtigung von Gl.2.5 angefitet, dabei werden die Werte von bcc Volumeneisen für die Kristallanisotropie und die Sättigungsmagnetisierung angenommen. Als Fitparameter werden die Werte für die bilineare Kopplungsstärke J_1 und die biquadratische J_2 bestimmt. Die ermittelten Ergebnisse und die Betragssumme $|J_1 + J_2|$ sind in Abb.4.17 als Funktion der Chromschichtdicke gezeigt. Unterhalb einer Dicke von 11Å kann keine antiferromagnetische Kopplung gefunden werden. Von 11Å bis 13Å nimmt die Kopplung zu, im weiteren Verlauf fällt sie wieder ab. Oberhalb einer Dicke von 20Å kann keine antiferromagnetische Kopplung gefunden werden. Die Form und die Stärke der Kopplung wird von J_1 bestimmt. Quantitativ ergibt sich für des Kopplungsmaximum des untersuchten Schichtsystems aus der Simulation $|J_1| \approx 0,2\text{mJ/m}^2$.

Im Vergleich zu den bei MBE hergestellten Fe/Cr/Fe-Schichten [5], bei denen das Kopplungsmaximum bereits bei einer Schichtdicke von 7Å liegt, findet man im gesputterten Schichtstapel das Maximum erst bei 13Å. Dies könnte an ei-

ner Bildung von FeCr-Legierungen an den Grenzflächen Fe/Cr/Fe liegen. Dieses Phänomen wurde bereits an ionenstrahlgesputterten Fe/Si/Fe-Schichten beobachtet [86]. Durch eine Durchmischung des Chroms an beiden Grenzflächen zum Eisen, ist eine in etwa doppelt so große Chromschichtdicke nötig, da man an den Fe/Cr-Grenzflächen jeweils magnetisch tote Lagen hat. Wenn man dies mit den gefundenen zwei Monolagen magnetisch toter Lagen des Eisens an der GaAs/Fe Grenzfläche vergleicht, ergibt sich die gleiche Größenordnung.

Die Kopplungsstärke bei dem gesputterten System ist im Vergleich zu den MBE Dreilageneine Größenordnung geringer, was auf die starke Interdiffusion an der Grenzfläche Fe/Cr bzw. Cr/Fe zurückzuführen ist. Die Zwischenschichtaustauschkopplung ist ein Grenzflächenphänomen und kann durch eine zu starke Durchmischung an den Grenzflächen gestört werden. Ein weiterer Grund für die geringe bilineare Kopplungsstärke J_1 könnte die Rauigkeit, also eine schlechte Qualität, der Grenzflächen sein. Allerdings müsste dann die biquadratische Kopplungsstärke J_2 größer werden, denn für polykristalline Schichten ist diese dominant. J_2 ist mit Werten um $0,02\text{mJ/m}^2$ gering, eine zu große Rauigkeit der Schichten kann daher ausgeschlossen werden. Im Vergleich zu MBE-Schichten kann keine kurzreichweitige Oszillation der Zwischenschichtaustauschkopplung mit der Schichtdicke gefunden werden, was bedeutet, dass die gesputterten Schichten nicht perfekt glatt sind.

Für die mit MBE hergestellten Dreilagenschichten wird ein zweites Maximum bei etwa 28\AA gefunden, das allerdings nur eine Kopplungsstärke von $0,6\text{mJ/m}^2$ hat. Das zweite Maximum kann für die ionenstrahlgesputterten Fe/Cr/Fe-Stapel nur ansatzweise bei einer Chromschichtdicke von 34\AA gefunden werden. Die Verschiebung in der Schichtdicke um 6\AA kann analog zum ersten Maximum mit magnetisch toten Lagen erklärt werden. Die Stärke der bilinearen Kopplung $J_1 = 0,008\text{mJ/m}^2$ ist sehr gering. Allerdings stimmt mit 17\AA (12 Monolagen) die Oszillationsperiode mit der in MBE-Schichten gefundenen überein. Diese langreichweitige Oszillation ist weniger sensibel auf die Grenzflächenbeschaffenheit.

Die Untersuchungen an den gesputterten Fe/Cr/Fe-Schichten zeigen nur mäßige Ergebnisse. Im Gegensatz zu den guten Volumeneigenschaften der Eisschichten, wirkt sich das Ionenstrahlputtern negativ auf die Zwischenschichtkopplung

aus. Die Hauptursache ist die Durchmischung an den Grenzflächen, die durch zwei Faktoren verursacht wird, zum einen durch die auf den bereits deponierten Eisenfilm reflektierten, hochenergetischen Argonionen (Kap.3.1.1), zum anderen durch die hohe Energie der gesputterten Atome, die auf den bereits deponierten Film auftreffen.

4.4 Magnetische Tunnelkontakte Fe/MgO/Fe

Bei den Untersuchungen an den Fe/Cr/Fe Dreilagenschichten wurde festgestellt, dass sich Diffusion an den Grenzflächen negativ auf Grenzflächenphänomene wie die Zwischenschichtkopplung auswirkt. Es stellt sich daher die Frage, ob die mittels Ionenstrahlputtern hergestellten Grenzflächen, auch Transporteffekte wie den Tunnelmagnetowiderstand (Kap.2.6) stören würden. In [7] wird von magnetrongesputterten, hochgradig orientierten MgO Tunnelbarrieren mit TMR Werten von 220% berichtet. Die Kenntnisse für das Präparieren des GaAs und das Wachstum von Fe/Cr/Fe werden jetzt auch für das Wachstum von Tunnelkontakten der Form GaAs/Fe(300Å)/MgO(10-40Å)/Fe(100Å) genutzt. Die untere Eisenschicht dient später als untere Elektrode bei den Transportmessungen und wird deshalb 300Å dick gewählt. Die Eisenschichten werden wie zuvor mit einer Sputterrate von 0,3Å/s deponiert, die Magnesiumoxidschichten werden aufgrund der geringen Dicke bei einer Sputterrate von 0,1Å/s deponiert. Der Schichtstapel wird mit Hilfe von LEED und STM strukturell und mittels XPS chemisch charakterisiert. Für die magnetische Untersuchung mittels SQUID wird der Schichtstapel dann mit 300Å FeMn bzw. 30Å Co/ 300Å FeMn abgedeckt. Die Proben wurden mittels Lithographie, Ätzen, Sputtern, Lift-Off strukturiert und es werden Transportmessungen an diesen durchgeführt.

4.4.1 Morphologie des gesputterten Dreilagenschichtstapels Fe/MgO/Fe

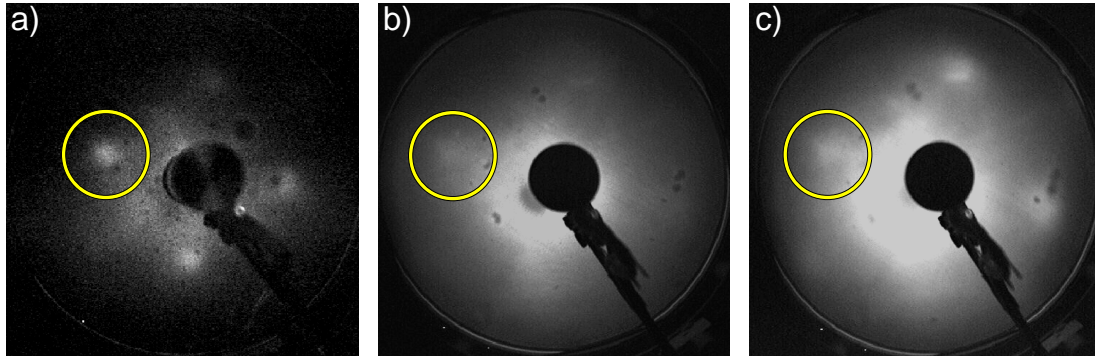


Abb. 4.18: a) 300 Å Eisen wächst auf GaAs epitaktisch auf ($E=107\text{eV}$); b) 25 Å MgO wächst aufgrund der Gitterfehlانpassung verspannt auf, es sind kaum noch LEED-Reflexe zu erkennen ($E=130\text{eV}$); c) auf der gesputterten MgO-Schicht rekristallisiert die 100 Å Eisenschicht wieder ($E=116\text{eV}$).

Als erstes wird der Wachstumsprozess des Mehrlagensystems in situ mit LEED kontrolliert. Das vorgesputterte, gereinigte GaAs zeigt, wie bereits diskutiert, scharfe Spots, was auf eine kristalline, saubere Oberfläche hindeutet (Abb.4.1a)). Nach der gesputterten, ersten Eisenschicht findet man LEED-Reflexe, Eisen wächst also epitaktisch auf dem GaAs (Abb.4.18a)) auf, wie bereits gezeigt. Das Magnesiumoxid wächst epitaktisch entlang seiner [100]- Richtung auf dem Fe(100) auf, wobei die Einheitszelle des MgO in der Ebene um 45° zur Eisenoberfläche verdreht ist. Die Gitterkonstante des MgO ist $a_{\text{MgO}} = 4,21\text{Å}$ [51]. Die Gitterfehlانpassung, d.h. die Abweichung der Gitterkonstante des MgO von der Diagonalen der Flächeneinheitszelle des Eisens beträgt durch diese Rotations-epitaxie nur 3,8%. Da sich das MgO durch die Gitterfehlانpassung zunächst der Eisenoberfläche anpassen muss, steht es unter Spannung. Die isolierende MgO-Schicht verschlechtert die Oberflächenrauigkeit des Lagensystems; es sind kaum noch Leed-Spots zu detektieren (Abb.4.18b)). Dies könnte auch in der Aufladung der Probe begründet sein, da MgO ein Isolator ist. Die zweite Eisenschicht auf dem Magnesiumoxid rekristallisiert das System, man findet wieder erkennbare LEED-Spots (Abb.4.18c)). Allerdings sind die Spots im Vergleich zur unteren Eisenschicht verbreitert und weniger scharf. Insgesamt ist die Qualität der Epita-

xie im Vergleich zu Fe/MgO/Fe-Dreilagensystemen, die mittels MBE hergestellt wurden [87], niedriger.

Um die Oberflächenqualität zu kontrollieren, werden die einzelnen Schichten nach dem Sputtern mittels STM untersucht. Wie bereits in Kap.4.1 gezeigt, bildet das GaAs eine aus gleichmäßigen ca. 70Å großen Strukturen bestehende ebene Oberfläche für das Wachstum des Eisens. Das Eisen wächst dann analog zu den untersuchten 100Å Eisenschichten (vgl. Kap. 4.2.1) in Strukturen der mittleren Größe (200Å) auf dem GaAs auf. Die Oberflächenrauigkeit des Eisens ($\sigma=7\text{\AA}$) ist höher als die des GaAs ($\sigma=5\text{\AA}$). Die isolierende Magnesiumoxidschicht ($\sigma=2\text{\AA}$) reduziert die Rauigkeit der Oberfläche stark (Abb.4.19c)). Die typische Strukturgröße ist etwas kleiner (150Å) als die darunterliegende des Eisens (200Å). Auf dem gesputterten MgO wächst die obere Eisenschicht wieder etwas rauer ($\sigma=3\text{\AA}$) und in Strukturgrößen von 300Å (Abb.4.19c)) .

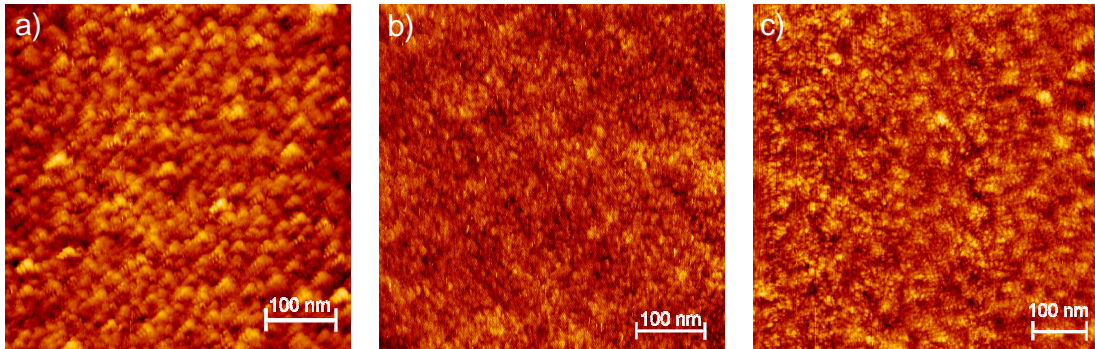


Abb. 4.19: a) 300Å Eisen $\Delta h=10\text{\AA}$, $\sigma=7\text{\AA}$ wächst auf GaAs mit einer typ. Strukturgröße von 200Å auf; b) das Wachstum der 25Å MgO reduziert die Oberflächenrauigkeit $\Delta h=9\text{\AA}$, $\sigma=2\text{\AA}$ und hat eine typ. Strukturgröße von 150Å; c) auf der gesputterten MgO-Schicht wächst die zweite 100Å Eisenschicht mit leicht höherer Rauigkeit $\Delta h=18\text{\AA}$, $\sigma=3\text{\AA}$, aber im Vergleich zur unteren Eisenschicht weniger rau, und die typ. Strukturgröße ist mit 300Å größer.

Um sicher zu stellen, dass die Eisenschichten weder während des Sputterns der Magnesiumoxidschicht noch durch den notwendigen Heizprozess im Magnetfeld (siehe Kap.4.4.2) oxidieren, werden die Eisenschichten in situ mit XPS untersucht. In Abb.4.20a) ist ein XPS-Spektrum eines mit MgO abgedeckten Eisens (schwarz) gezeigt. Zum Vergleich ist ein XPS-Spektrum einer unabgedeckten

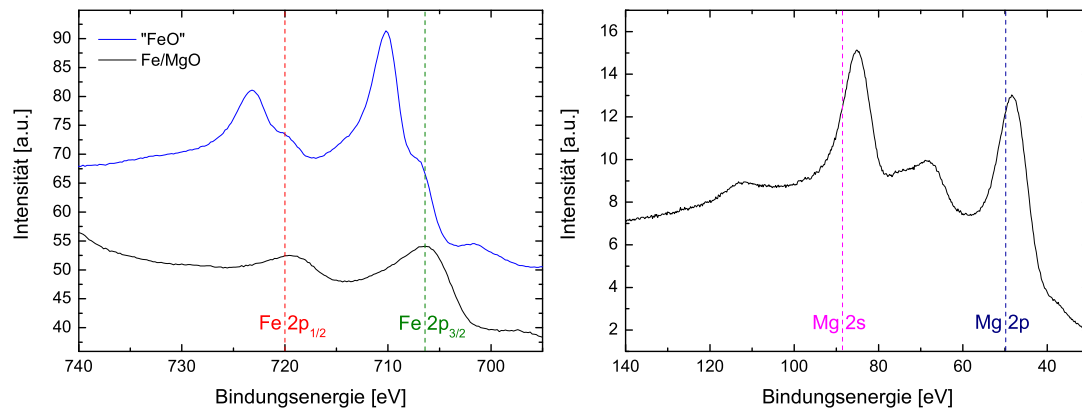


Abb. 4.20: a) XPS- Spektren eines Fe/MgO Schichtsystems nach Herstellung; zum Vergleich wird ein Spektrum einer Eisenoxidschicht dargestellt: am Fe/MgO-System sind keinerlei Anzeichen einer Oxidation zu erkennen. Die Peaks sind weder zu höheren Bindungsenergien verschoben, noch sind Schulterpeaks erkennbar. b) XPS-Spektrum von direkt vom MgO-Target gesputterter 25 Å MgO Schicht mit Mg 2p und Mg 2s Peaks: beide Peaks zeigen aufgrund der Oxidation des Magnesiums eine Verschiebung der Bindungsenergien.

Eisenprobe (blau), die durch 24h Lagerung im UHV ($p < 5 \cdot 10^{-10}$ mbar) oxidierte, dargestellt. Im XPS-Spektrum ist Oxidation an zwei Merkmalen zu erkennen: Die materialspezifischen Linien der Rumpfniveaus verschieben sich zu größeren Bindungsenergien hin. Gleichzeitig würde man sogenannte Schulterpeaks bei der Bindungsenergie des unoxidierten Materials finden. Diese Schulterpeaks dokumentieren den noch nicht oxidierten, unter dem Oxid liegenden Anteil des Materials. Für die Fe/MgO-Probe erkennt man keinerlei Anzeichen einer Oxidation des Eisenfilms. Man findet weder eine Verschiebung der Peaks zu größeren Bindungsenergien noch Schulterpeaks. Man kann also davon ausgehen, dass während des Sputterprozesses von MgO der Eisenfilm nicht oxidiert wird.

Weiterhin soll mit XPS-Untersuchungen sichergestellt werden, dass die MgO-Barriere, direkt vom Target gesputtert, ohne Nachoxidieren aus vollständig oxidiertem Magnesium besteht. Abb.4.20b) zeigt ein XPS-Spektrum eines gesputterten MgO-Films. Man erkennt sofort die Verschiebung der Peaks und keinerlei Schulterpeaks. Das Magnesium ist also durch und durch oxidiert. Danach kann man von einer Magnesiumoxidtunnelbarriere ausgehen.

4.4.2 Magnetische Eigenschaften des Schichtsystems

Um Transportmessungen durchführen zu können, muss für das Dreilagensystem 300\AA Fe/ 25\AA MgO/ 100\AA Fe in eine der beiden Eischichten eine Austauschverschiebung initiiert werden. Ansonsten unterscheiden sich die Schaltfelder der beiden Eischichten nicht und man könnte keinen Transport detektieren. Da in der vorliegenden Arbeit das Fe/MgO/Fe-System kristallin aufwachsen soll, kommt also nur die obere Eischicht in Frage. Daher wird sie mit einer 300\AA Eisenmanganschicht abgedeckt. Um eine Differenz der Schaltfelder der beiden Eischichten zu erreichen, wird die obere Eischicht mittels der Eisenmanganschicht austauschverschoben (Kap.2.3). Die Austauschverschiebung sollte erreicht werden, indem die Probe im Magnetfeld über die Néeltemperatur des FeMn, auf 520K geheizt und anschließend im Magnetfeld bis auf Raumtemperatur abgekühlt [88] wird. Dies wird mit SQUID-Magnetometrie überprüft. Obwohl in Fe/FeMn-Systemen eine Austauschverschiebung bekannt ist[89], kann bei Raumtemperatur kein Exchange-Bias-Feld detektiert werden. Bei 30K zeigt die Messung ein Austauschfeld von 40 Gauss (4mT) für die obere Eischicht und eine Austauschverschiebung von 7 Gauss für die untere Eischicht (Abb.4.21). Die beiden Eischichten sind aneinander gekoppelt und damit sind die untere und die obere Eischicht nicht frei voneinander schaltbar. Diese Kopplung der Eischichten ist auf den Orange-Peel-Effekt (siehe Kap.2.2), auf eine Kopplung auf Grund der Rauigkeit der Schichten zurückzuführen.

Um eine Austauschverschiebung der oberen Eischicht bei Raumtemperatur zu erhalten, wird auf das Dreilagensystem Fe/MgO/Fe zunächst eine 30\AA Kobaltschicht aufgesputtert und dann erst die 300\AA FeMn, da die Austauschverschiebung von Co/FeMn größer ist [89]. Allerdings wächst das FeMn nicht mehr kristallin auf dem Co auf. Dies ist zwar ein Nachteil, aber man erhält so eine Austauschverschiebung bei Raumtemperatur. Anschließend werden die Proben im Magnetfeld auf 520K geheizt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Austauschverschiebung der oberen Eischicht wird wieder mittels SQUID-Magnetometrie überprüft. Bei Raumtemperatur zeigt die Messung ein Austauschfeld von 30 Gauss für die obere, gepinnte Eischicht (Abb.4.21).

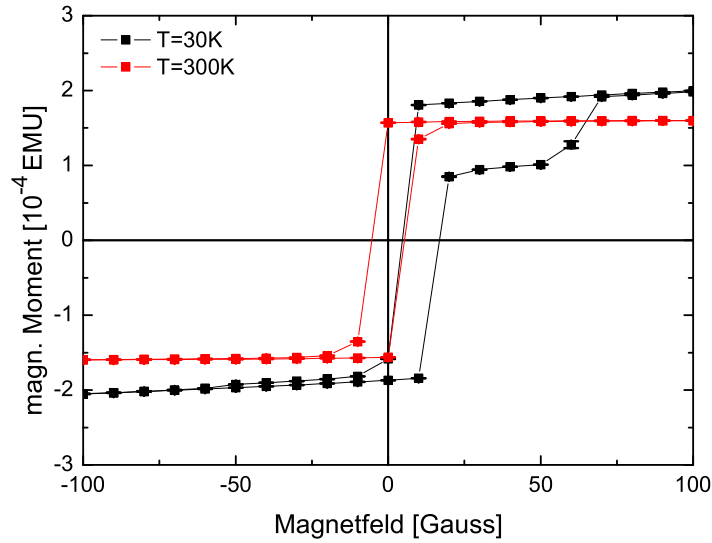


Abb. 4.21: Die SQUID-Magnetometrie (bei 300K) zeigt nach dem Heizen bei 520 K und Abkühlen im Magnetfeld für das Fe/MgO/Fe/FeMn-System kein Exchange-Bias-Feld. Bei tiefen Temperaturen (30K) ist das Austauschverschiebungsfeld für die obere, gepinnte Eisenschicht 40 Gauss.

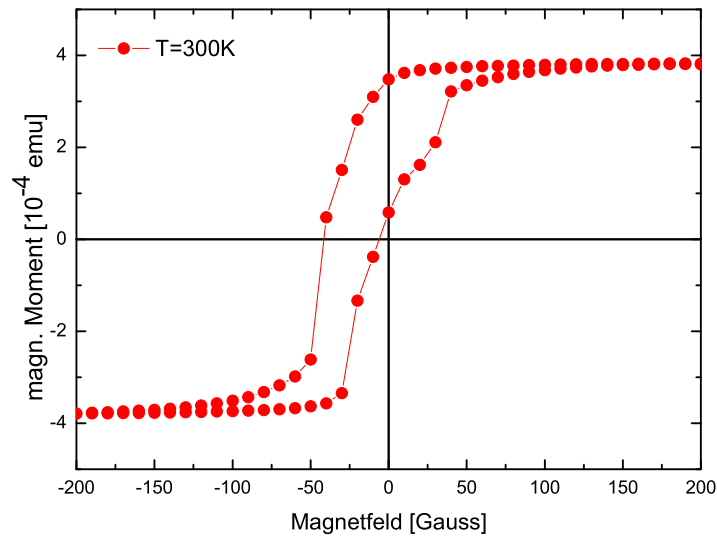


Abb. 4.22: Die SQUID-Magnetometrie (bei 300K) zeigt nach dem Heizen und Abkühlen im Magnetfeld für das Fe/MgO/Fe/Co/FeMn-System ein Exchange-Bias-Feld für die obere, gepinnte Eisenschicht von 30 Gauss.

Mit diesen Untersuchungen konnte eine Austauschverschiebung der oberen Eisenschicht bei Raumtemperatur in das Multilagensystem Fe/MgO/Fe/Co/FeMn initiiert werden. Damit kann man eine Differenz der Schaltfelder der beiden Eisenschichten von 3mT erwarten.

4.4.3 Transportmessungen an Fe/MgO/Fe

Für die Transportmessungen senkrecht zu den Schichten, muss die untere und obere Eisenschicht isoliert kontaktiert werden. Der Widerstand der Kontakte soll in einem messbaren Bereich liegen, was über die Größe der Kontakte beeinflussbar ist. Bei einer Kontaktfläche von einigen μm^2 erhält man Widerstände über das Schichtsystem im Ohm-Bereich. Durch eine Vierpunktmessung wird der Einfluss der Kontaktwiderstände der Anschlüsse eliminiert. Mit einem Ultraschall-Wedge-Bonder können die strukturierten Kontaktierungsflächen, die als Zuleitungen zu den eigentlichen Tunnelkontakten fungieren, kontaktiert werden. Die Strukturierung erfolgt mittels optischer Lithographie, Ätzen, Sputtern und einem Lift-Off Prozess. Die Kontakte werden als gekreuzte Leiterbahnen hergestellt. Als untere Zuleitung wird die untere Eisenschicht genutzt, als Isolator dient SiO₂, für die obere Zuleitung wird Cu aufgebracht. Die einzelnen Prozessschritte der Strukturierung der Proben können in [87] nachgelesen werden. Nach der Strukturierung werden Widerstands-Strom-Messungen einzelner Kontakte der Probe am TMR-Messplatz [90] durchgeführt.

Zunächst wird untersucht, ob die elektrischen Kontakte wie erwartet funktionieren. Dazu wird die Probe mit sehr kleinen Stromstärken kontaktweise durchgemessen. Die kleinen Stromstärken sollen verhindern, dass der Kontakt durch den Strom zerstört wird. Bei einer Kontaktfläche von $10 \times 20 \mu\text{m}^2$ misst man einen Widerstand von etwa 10Ω . Als nächstes wird das Verhalten des Widerstandes mit größer werdender Stromstärke betrachtet (Abb.4.23 oben). Die Stromstärke, die den Kontakt belastet, betrug 5mA. Man erkennt eine nach unten geöffnete Parabel. Dieses Verhalten ist typisch für eine isolierende Barriere. Mit Erhöhung der angelegten Spannung finden immer mehr Tunnelprozesse durch die Barriere statt, daher sinkt der Widerstand. Damit kann man nachweisen, dass bei den ionenstrahlgesputterten Fe/MgO/Fe-Schichten ein Tunnelprozess stattfindet.

Um die Werte des TMR zu ermitteln, wird der Widerstand in Abhängigkeit zum angelegten Magnetfeld gemessen. Die Probe wird mit einer ihrer leichten Achsen parallel zum äußeren Magnetfeld orientiert und mit einer angelegten Spannung von 50mV gemessen. Für das ionenstrahlgesputterte Fe/MgO(25Å)/Fe/FeMn-Schichtsystem findet man bei Raumtemperatur ein TMR von 2%. Der TMR wird von einer Mindestspannung von 50mV bis zu einer Maximalspannung von 150mV detektiert, nimmt aber mit höher werdender Spannung ab. Damit konnte ein Tunnelwiderstand ermittelt werden, obwohl die beiden Eisschichten nicht frei voneinander schalten. Der nachgewiesene TMR ist aber im Vergleich zu mittels MBE hergestellten epitaktischen Schichten [6] und magnetrongesputterten polykristallinen Schichten [7] sehr niedrig. Auch die Variation der Barrierendicke (MgO : 10Å- 40Å) hat den Tunnelwiderstand nicht erhöht.

Bedauerlicherweise konnte an den Fe/MgO/Fe/Co/FeMn keine Tunnelmagnetowiderstandskurve gezeigt werden, da bei allen Proben auf Grund von Störungen im Strukturierungsprozess kein funktionierender Kontakt gefunden wurde.

Durch die Transportmessungen konnte ein Tunnelwiderstand an ionenstrahlgesputterten Schichten nachgewiesen werden, allerdings ist der Wert des TMR sehr niedrig. Die Vermutung liegt nahe, dass die Ursache an den Grenzflächen Fe/MgO und MgO/Fe zu suchen ist. Sowohl das Substrat als auch die einzelnen Schichten zeigen eine Oberflächenrauigkeit, was die Durchmischung an der Grenzfläche verstärkt. Wie zuvor bei den Fe/Cr/Fe-Systemen muss von einer starken Durchmischung des Fe und des MgO ausgegangen werden, die sich auf das Grenzflächenphänomen des Tunnelmagnetowiderstandes negativ auswirkt.

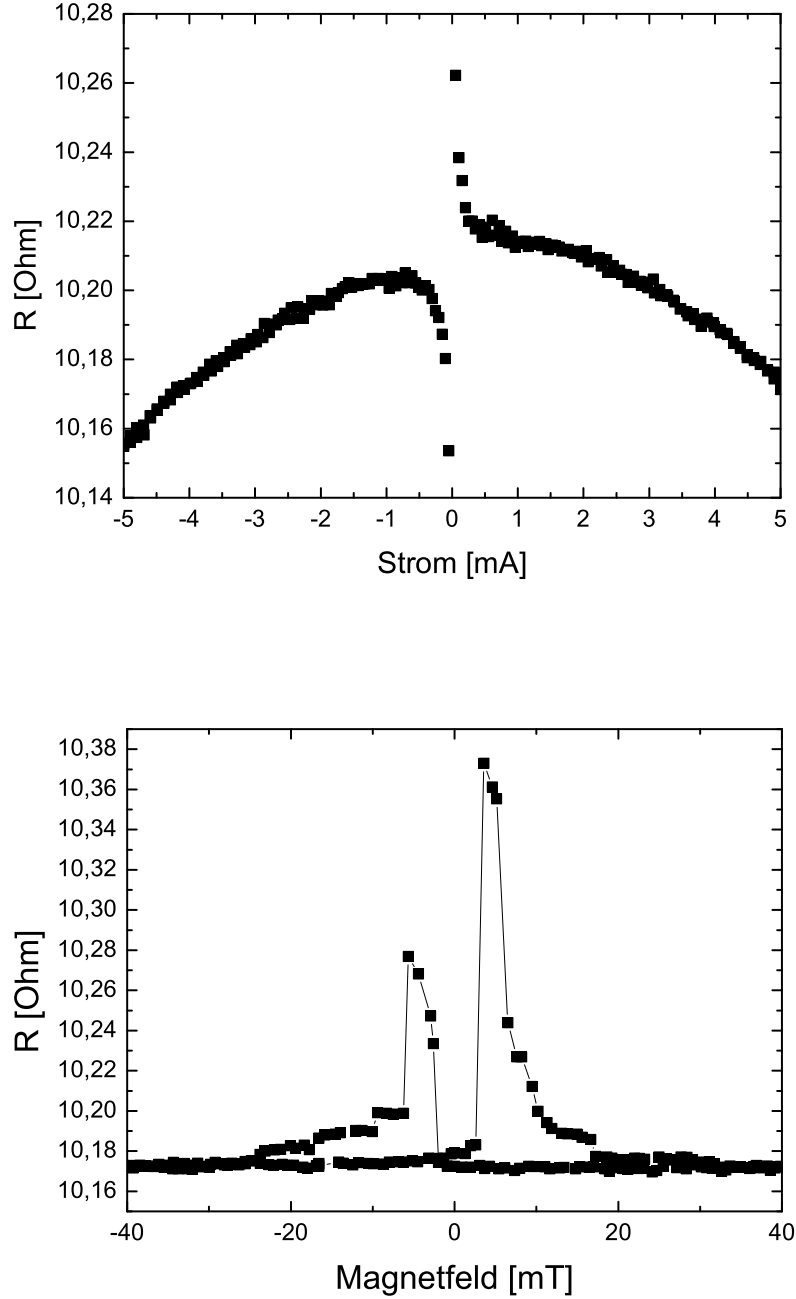


Abb. 4.23: oben: Widerstand in Abhängigkeit des angelegten Stromes an einem Kontakt der Probe. Für größer werdende Stromstärken nimmt der Widerstand ab; damit wird ein Tunnelprozess nachgewiesen. Der Bereich um die Null sind Messartefakte, die durch das Umschalten des Magnetes kommen. unten: Widerstand in Abhängigkeit des angelegten Magnetfeldes in leichter Achse einer Fe(300Å)/MgO(25Å)/Fe(100Å)/FeMn(300Å) Schicht bei einer Spannung von 50mV und T=300K: TMR 2%.

5 Diskussion der Ergebnisse

Die Resultate der vorliegenden Arbeit lassen sich in zwei Kategorien einteilen, zum einen die Volumeneffekte, zum anderen die Grenzflächeneffekte:

Wie im ersten Teil der Arbeit anhand von Eischichten gezeigt wurde, stellt das Ionenstrahlputtern eine gute Depositionsmethode für dünne Einzelschichten dar. Die Partikel haben hohe kinetische Energien, die eine hohe Oberflächenmobilität ermöglichen. Dadurch kommt es zu epitaktischem Wachstum mit guten Volumeneigenschaften der Eischichten. In den Ionenstrahlgesputterten Eischichten ist die kubische Kristallanisotropie mit 32000J/m^3 höher als in anderen gesputteten Schichten [78] und erreicht etwa 66% der Kristallanisotropie, wie sie in durch MBE hergestellten Fe/GaAs-Schichten gefunden wird [79]. Die FMR-Linienbreite der Eischichten beträgt nur 2,66mT ($\nu = 9,73\text{GHz}$, 100\AA) und ist damit sogar geringer als in vergleichbaren MBE-Schichten [80, 84]. Das Ionenstrahlputtern ermöglicht die Herstellung von Einzelschichten mit sehr guter kristalliner Qualität.

Im Fall von Schichtsystemen macht sich dagegen die hohe kinetische Energie der Ionenstrahlgesputterten Partikel beim Auftreffen auf den bereits gesputterten Film negativ bemerkbar. Die hohe kinetische Energie führt zu einer starken Durchmischung an der Grenzfläche, so können keine scharf definierten Grenzflächen entstehen. Grenzflächensensitive Phänomene wie die Zwischenschichtaustauschkopplung, der Tunnelmagnetowiderstand und der Exchange-Bias werden stark geschwächt.

Die in Ionenstrahlgesputterten Fe/Cr/Fe-Dreilagensystemen gefundene Zwischenschichtaustauschkopplung ist mit einer Stärke von $0,2\text{mJ/m}^2$ um einen Faktor 10 schwächer als bei MBE-Dreilagern [5], aber die Oszillation der Kopplung mit einer

Periode von ca. 17\AA kann beobachtet werden. Im Vergleich zu magnetrongesputterten Schichten liegt die Kopplungsstärke in der gleichen Größenordnung.

Der Tunnelmagnetowiderstand der ionenstrahlgesputteten Fe/MgO/Fe/FeMn-Schichten ist sowohl im Vergleich zur MBE [6] als auch zum Magnetronsputtern [7] viel schwächer. Dies wird zum Teil vom schwachen Exchange-Bias zwischen dem ionenstrahlgesputterten Fe/FeMn verursacht. Die obere und untere Eisschicht des Tunnelsystems können nicht individuell schalten, der TMR verringert sich. Aber auch die Rauigkeit der einzelnen Schichten des Dreilagensystems und die starke Durchmischung an der Fe/MgO-Grenzfläche schwächen den TMR stark. Es konnte weitgehend ausgeschlossen werden, dass die Eisschichten im Verlauf des Herstellungsprozesses unbeabsichtigt oxidiert werden.

Zu magnetrongesputterten Oberflächen bzw. Grenzflächen gibt es in der Literatur nur wenige Informationen. Aus experimentellen Gründen konnten in die Morphologieuntersuchungen der vorliegenden Arbeit magnetrongesputterte Filme und Schichtsysteme nicht einbezogen werden.

Im Vergleich ist das Ionenstrahlputtern für Grenzflächeneigenschaften eine schlechtere Depositionsmethode als die Molekularstrahlepitaxie und auch als das Magnetronsputtern. Dies kann durch die sehr unterschiedliche Energie der deponierten Atome bei IBS ($1\text{--}30\text{eV}$) und MBE ($0,2\text{eV}$) erklärt werden. Es ist überraschend, dass auch das Magnetronsputtern Schichten mit großen Grenzflächeneffekten ermöglicht. Die Energie der deponierten Atome beim Magnetronsputtern und beim Ionenstrahlputtern sind vergleichbar. Das IBS ermöglicht die Wahl der Sputterparameter in einem großen Parameterbereich und sollte deshalb mehr Optimierungsspielraum bieten. Obwohl der Vergleich zwischen den drei Depositionsmethoden durch den starken Einfluss der Substrateigenschaften (siehe Kap.4.2.1) erschwert ist, können die bei IBS aufgetretenen Effekte mit den gut verstandenen Phänomenen der MBE erklärt werden. Die Prozesse beim Magnetron-Wachstum sind noch nicht verstanden und können z.B. durch den Einfluss des Plasmas auf den wachsenden Film auch nicht mit dem Verständnis der MBE erklärt werden. Die guten Grenzflächeneigenschaften beim Magnetronsputtern könnten gerade auf den Einfluss des Plasmas auf den wachsenden Film zurückzuführen sein.

6 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschreibt den Zusammenhang von Oberflächenbeschaffenheit und magnetischen Eigenschaften von epitaktischen Eischichten auf Galliumarsenid und von Fe/Cr/Fe bzw. Fe/MgO/Fe-Dreilagensystemen. Diese Schichten werden mittels Ionenstrahlputtern unter Ultrahochvakuumbedingungen hergestellt. Diese Untersuchungen tragen dazu bei, ein besseres Verständnis des Einflusses des Sputterprozesses auf den Magnetismus dünner Filme zu entwickeln.

Zur Einführung werden in Kapitel 2 die theoretischen Grundlagen beschrieben. Der Ferromagnetismus kristalliner Dünnschichten wird zusammenfassend dargestellt. Der quantenmechanische Tunneleffekt und der Tunnelmagnetowiderstand wird erst allgemein und dann speziell für Fe/MgO/Fe-Systeme diskutiert.

In Kapitel 3 wird der Sputterprozess erklärt und das Verfahren des Ionenstrahlputterns beschrieben, mit dem das Galliumarsenid präpariert und die Eisenfilme (10-100Å), die zwischenschichtaustauschgekoppelten Fe(100Å)/Cr(7-37Å)/Fe(50Å) Schichten und die Tunnelkontaktschichtsysteme Fe(300Å)/MgO(10-40Å)/Fe(100Å) hergestellt werden. Die Oberflächenbeschaffenheit der gesputterten Schichten wird mit Beugung niederenergetischer Elektronen und Rastertunnelmikroskopie untersucht. Da beim Sputtern gerade die chemische Zusammensetzung einen großen Einfluss haben kann, wird der Sputterprozess an ausgewählten Schichten mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie kontrolliert. Für die Untersuchung der magnetischen Eigenschaften werden Magnetooptischer Kerr-effekt, SQUID-Magnetometrie und winkelabhängige ferromagnetische Resonanz genutzt.

In Kapitel 4 werden die gesputterten Filme charakterisiert. Sowohl auf unbehandeltem als auch auf vorgesputtertem und geheiztem GaAs-Substrat wachsen die Eisenfilme epitaktisch auf. Die Eisenfilme auf geheiztem GaAs weisen mit 30Å die

bei weitem höchste Rauigkeit auf. Die Koerzitivfeldstärke des Eisens auf unbehandeltem GaAs ist am kleinsten, während die höchste Sättigungsmagnetisierung für Eisen auf geheiztem GaAs gemessen wird. Die größten Anisotropiewerte, sowohl für die uniaxiale Anisotropie als auch für die Kristallanisotropie, werden für das vorgesputterte GaAs/Fe-System ermittelt. Bei den schichtdickenabhängigen Untersuchungen an Eisen auf vorgesputtertem GaAs weisen zwei Monolagen Eisen kein magnetisches Moment auf; es sind sogenannte magnetisch tote Lagen. Die Sättigungsmagnetisierung nimmt mit der Schichtdicke zu; für eine Eisenschichtdicke von 100\AA wird 83% der Sättigungsmagnetisierung von Volumeneisen erreicht. Die uniaxiale Anisotropie beruht auf der zweizähligen chemischen Symmetrie der GaAs (001)-Grenzfläche und nimmt daher mit der Schichtdicke ab. Die hohe Kristallanisotropie und die geringe FMR-Linienbreite bestätigen die guten Volumeneigenschaften des Eisens.

Es werden epitaktisch gesputterte Fe/Cr/Fe-Dreilagensysteme auf dem vorgesputterten GaAs deponiert und die Kopplungsstärke der antiferromagnetischen Zwischenschichtaustauschkopplung ermittelt. Für eine Chromzwischenschicht von 12 bis 17\AA konnte eine Kopplung gefunden werden. Die Kopplungsstärke ist allerdings um einen Faktor 10 kleiner als bei MBE-deponierten Schichten. Dies liegt an einer sehr starken Durchmischung an der Fe/Cr-Grenzfläche.

Schließlich werden ebenfalls auf vorgesputtertem GaAs Fe/MgO/Fe/FeMn-Tunnelschichten deponiert. Nach der Strukturierung der Proben zeigen einzelne Tunnelkontakte in Strom-Spannungsmessungen Tunnelprozesse. An ihnen kann ein TMR von etwa 2% gemessen werden. Dieses Ergebnis ist enttäuschend, da an gesputterten, polykristallinen CoFe/MgO/CoFe-Schichten ein TMR von 220% [7] gemessen werden konnte. Die niedrigen TMR-Werte können durch das Fehlen scharfer, definierter Grenzflächen, sowohl an der Antiferromagnet/Ferromagnet (MnFe/Fe) als auch an der Ferromagnet/Oxid (Fe/MgO) Grenzfläche erklärt werden. Im Rahmen dieser Arbeit war es nicht mehr möglich, die TMR-Messung am Schichtsystem Fe/MgO/Fe/Co/FeMn durchzuführen, das im Vorversuch einen funktionierenden Exchange-Bias aufwies - im Gegensatz zu den Fe/MgO/Fe/FeMn-Schichten.

In der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, dass man mit Ionenstrahlspultern sehr gute magnetische Volumeneigenschaften an Einzelfilmen erzielen kann. Jedoch werden durch die starke Durchmischung an den Grenzflächen die grenzflächensensitiven Phänomene wie Zwischenschichtaustauschkopplung, Exchange-Bias und Tunnelmagnetowiderstand stark geschwächt.

Als nächster Schritt muss die Minimierung der Durchmischung an Grenzflächen im Fokus der Untersuchungen stehen. Die kinetische Energie der gesputterten Teilchen muss für den Grenzflächenbereich der Schichten reduziert werden, was z.B. durch eine Erhöhung des Gasdruckes möglich ist.

Literaturverzeichnis

- [1] G. Binasch, P.Grünberg, F. Saurenbach, W.Zinn: *Enhanced Magnetoresistance in Layered Magnetic Structures with Antiferromagnetic Interlayer Exchange*, Phys. Rev. B, **39**, 4828, (1989)
- [2] M. N. Baibisch, J. M. Broto, A. Fert, F. Ngyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas: *Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices*, Phys. Rev. Lett., **61**, 2472, (1988)
- [3] P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M.B. Brodsky, H. Sowers: *Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers*, Phys. Rev. Lett., **57**, 2442, (1986)
- [4] R. Moosbühler, F. Bensch, M. Dumm, G. Bayreuther: *Epitaxial Fe films on GaAs: Does the substrate surface reconstruction affect the uniaxial magnetic anisotropy?*, J. Appl. Phys., **91**, 10, 8757,(2002)
- [5] C.M. Schmidt, D.E. Bürgler, D.M. Schaller, F. Meisinger, H.-J. Güntherodt: *Correlation of short-period oscillatory exchange coupling to nanometer-scale lateral interface structure in Fe/Cr/Fe(001)*, Phys. Rev. B, **60**, 4158, (1999)
- [6] S. Yuasa, T. Nagahama, A. Fujimura, Y. Suzuki, K. Ando: *Giant room temperature magnetoresistance in single-crystal Fe/MgO/Fe magnetic tunnel junctions*, Nature Materials 3, 868, (2004)

- [7] S.S.P. Parkin, C. Kaiser, A. Panchula, P.M. Rice, B. Hughes, M. Samant, Y. See-Hun: *Giant tunneling magnetoresistance at room temperature with MgO(100) tunnel barriers*, Nature Materials 3, 868, (2004)
- [8] D. D. Djayaprawira, K. Tsunekawa, M. Nagai, H. Maehara, S. Yamagata, N. Watanabe, S. Yuasa, K. Ando: *230% room-temperature magnetoresistance in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions*, Appl. Phys. Lett., **86**, 9250213, (2005)
- [9] P. Ehrhart: *Präparation dünner Schichten: Molekularstrahlepitaxie*, 30. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetische Schichtsysteme, (1999)
- [10] K. Kopitzki: *Einführung in die Festkörperphysik*, 3.Auflage, Teubner Verlag, Stuttgart, (1993)
- [11] H. Ibach, H.Lüth: *Festkörperphysik, Einführung in die Grundlagen*, 6. Auflage, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (2002)
- [12] K.H. Hellwege: *Einführung in die Festkörperphysik*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (1988)
- [13] R. Zorn: *Magnetometrie*, 30. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetische Schichtsysteme, (1999)
- [14] B.D. Cullity: *Introduction to magnetic materials*, Addison-Wesley, Menlo Park, London, Don Mills, (1972)
- [15] B. Heinrich, J.A.C. Bland(Hrsg): *Ultrathin Magnetic Structures II: measurement techniques and novel magnetic properties*, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (1994)
- [16] M. Brockmann, M. Zolfl, S. Miethaner, G. Bayreuther: *In-plane volume and interface magnetic anisotropies in epitaxial Fe films on GaAs*, J. Magn. Magn. Mater., **384**, 198, (1999)
- [17] P. Bruno: *Theory of interlayer magnetic coupling*, Phys. Rev. B, **52** 411, (1995)

-
- [18] W.H. Meiklejohn, C.P. Bean: *New Magnetic Anisotropy*, Phys. Rev. **102**, 1413 (1956)
- [19] W.H. Meiklejohn, C.P. Bean: *New Magnetic Anisotropy*, Phys. Rev. **105**, 904 (1957)
- [20] J. Nogues, I.K. Schuller: *Exchange bias*, J. Magn. Magn. Mater. **192**, 203 (1999)
- [21] J.C. Slonczewski: *Fluctuation mechanism for biquadratic exchange coupling in magnetic multilayers*, Phys. Rev. Lett., **67**, 3172, (1993)
- [22] D. Bürgler: *Zwischenschichtaustauschkopplung: Abhängigkeit vom Schichtaufbau und der Qualität der Grenzflächen*, In: „Magnetische Schichtsysteme“; Vorlesungsmanuskripte des 30.IFF-Ferienkurses, Forschungszentrum Jülich (1999) B10
- [23] R. Coehoorn: *Period of oscillatory exchange interactions in Co/Cu and Fe/Cu multilayer systems*, Phys. Rev. B, **44**, 9331 (1991)
- [24] G.H. Kann: *Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie an deponierten Einzelfullerenen: C₆₀, Ce@C₆₀ und La@C₆₀*, Berichte des Forschungszentrums Jülich, Jül-3834, (2000)
- [25] T. Fließbach: *Quantenmechanik*, 3. Auflage, Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg, Berlin, (2000)
- [26] J.G. Simmons: *Generalized Formula for the electric Tunnel Effect between similar Electrodes separated by a thin insulating Film*, J. Appl. Phys., **34**, 9, 2581, (1963)
- [27] W.F. Brinkmann, R.C. Dynes, J.M. Rowell: *Tunneling Conductance of Asymmetrical Barriers*, J. Appl. Phys. **41**,5, 1915,(1970)
- [28] Y. Xu, D. Ephron, M.R. Beasley: *Directed inelastic hopping of electrons through metal-insulator-metal tunnel junctions*, Phys.Rev.B, **52**, 2843, (1995)

- [29] A.I. Larkin, K.A. Matveev: *Current-voltage characterisation of mesoscopic semiconductor contacts*, Sov. Phys. JETP, **66**, 3, 580, (1987)
- [30] L.I. Glazman, K.A. Matveev: *Inelastic tunnelling across thin amorphous films*, Sov. Phys.JETP, **67**,6 , 1276, (1988)
- [31] J. M. MacLaren, X.-G. Zhang, W.H. Butler, W. Xindong: *Layer KKR approach to Bloch-Wave transmission and reflection: application to spin-dependent tunneling*, Phys. Rev. B, **59**, 5470, (1999)
- [32] P. Mavropoulos, N. Papanikolaou, P.H. Dederichs: *complex band structure and tunneling through ferromagnet/insulator/ferromagnet junctions*, Phys. Rev. Lett. **85**, 1088, (2000)
- [33] R. Meservey, B.B. Schwartz: *magnetic field splitting of the quasiparticle states in superconducting aluminium films*, Physical Review Letters, **25**, 1270,(1970)
- [34] M. Jullière: *tunneling between ferromagnetic films*, Phys. Lett. **54**, 3, 225, (1975)
- [35] J.S. Moodera, L.R. Kinder, T.M. Wong, R. Meservey: *Large Magnetoresistance at Room Temperature in Ferromagnetic Thin Film Tunnel Junctions*, Phys. Rev. Lett. **74**, 3273,(1995)
- [36] J. Maria de Teresa, A. Barthelémy, A. Fert, J.P. Contour, F. Montaigne, P. Seneor: *Role of Metal-Oxide Interface in Determining the Spin Polarization of Magnetic Tunnel Junctions*, Science, **286**, 5439, 507, (1999)
- [37] W. H. Butler, X.-G. Zhang, T.C. Schulthess, J.M. MacLaren: *Spin-Dependent Tunneling Conductance of Fe/MgO/Fe Sandwiches*, Phys. Rev. B **63**, 054416, (2001)
- [38] D.E. Bürgler: *Spin-Transport in layered Systems*, 36. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetism goes Nano, (2005)

- [39] P. Mavropoulos: *Spin-Dependent Transport Prozess*, 36. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetism goes Nano, (2005)
- [40] M.A. Herman (Hrsg.): *Molecular Beam Epitaxy*, Springer Series in Materials Science 7, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1996)
- [41] R. Behrich (Hrsg.): *Sputtering by Particle Bombardment I*, Topics in Applied Physics **47**, chap 2, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York (1981)
- [42] G. Kienel (Hrsg.): *Vakuumbeschichtung - Anwendungen*, 4, Teil 1, VDI-Verlag, Düsseldorf, (1995)
- [43] G.M. McCracken: *The behaviour of surfaces under ion bombardment*, Rep. Prog. Phys.**38** 247,(1975)
- [44] B. Window: *Removing the energetic neutral problem in sputtering*, J. Vac. Sci. Technol.A **11**, 4, 1522, (1993)
- [45] G.K. Wehner, G.S. Anderson : *The Nature of Physical Sputtering*,in: L.I. Maissel, R. Glang (Herausgeber): Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill Book Company,(1970)
- [46] T. Damm: *Sputterepitaxie von Eisenfilmen und Eisen/Silizium/Eisen - Dreilagenschichtsystemen auf GaAs(001) und MgO(001)*, Dissertation an der Universität zu Köln, (2004)
- [47] J. Wingbergmühle: *Transportphänomene in magnetischen Tunnelkontakten unter besonderer Berücksichtigung der Ionenstrahlsputterdeposition*, Dissertation an der Universität zu Köln, (2002)
- [48] J.G.C. Labanda, S.A. Barnett, L. Hultman: *Sputter cleaning and smoothing of GaAs(001) using glancing-angle ion bombardment*, Appl. Phys. Lett. **66**, 23, 3114, (1995)
- [49] M.Henzler, W. Göpel: *Oberflächenphysik des Festkörpers*, B.G. Teubner Verlag, Stuttgart, (1994)

- [50] VG Instruments: *Operating instructions clam 100*, (1985)
- [51] C. Kittel: *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg Verlag, München, Wien, (2005)
- [52] J.H. Scofield: *Hartree-Slater subshell photoionization cross-sections at 1254 and 1487 eV*, J. of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, **8**, 129, (1976)
- [53] C.D. Wagner, W.M. Riggs, L.E. Davis, J.F. Moulder, G.E. Muilenberg: *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Perkin Elmer Corporation, Physical Electron Division, Minnesota, (1979)
- [54] P. Ebert: *Rastersondenmikroskopie*, 29. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Physik der Nanostrukturen (1998)
- [55] I. Wirth: *Rastertunnelmikroskopie und Rastertunnelspektroskopie an einwandigen Kohlenstoff-Nanoröhrchen*, Berichte der Forschungszentrums Jülich, Jül-3619, (1998)
- [56] Omicron : instruments for surface science, manual: *the variable temperature STM users 's guide* (1997)
- [57] Auswertungsprogramm IDL
- [58] R. Vollmer: *Lineare und nichtlineare Magnetooptik an ultradünnen ferromagnetischen Schichten und Vielfachschichten*, 30. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetische Schichtsysteme, (1999)
- [59] A. Schindler: *Aufbau eines Kerrmagnetometers zur Messung des longitudinalen magnetooptischen Kerreffektes und dessen Nutzung zur Untersuchung von ionenbeschussinduzierten Modifikationen der magnetischen Eigenschaften von austauschverschobenen Schichtsystemen*, Diplomarbeit, Universität Kaiserslautern, (2003)
- [60] M. Buchmeier: Computerprogramm MOKESIM-0.81, entwickelt IFF,IEE, Forschungszentrum Jülich

- [61] U. Köbler: *Vibrationsmagnetometer, Faradaywaage, SQUID und Meßbeispiele*, 24. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetismus von Festkörpern und Grenzflächen, (1993)
- [62] F. Bensch: *Der magnetische Phasenübergang und das Einsetzen des Ferromagnetismus bei dünnen Eischichten auf Galliumarsenid*, Dissertation an der Universität Regensburg, (2001)
- [63] B. Hillebrands: *Magnetische Anisotropien in Schichtsystemen und ihre experimentelle Bestimmung*, 24. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetismus von Festkörpern und Grenzflächen, (1993)
- [64] S.V. Vonsovskii: *Ferromagnetic Resonance*, Pergamon Press Ltd., Oxford, (1966)
- [65] M. Farle: *Ferromagnetic resonance in ultrathin metallic layers*, Rep. Prog. Phys, **61**, 755, (1998)
- [66] R. Meckenstock: *Untersuchung der magnetischen Eigenschaften von Fe/Ag-Schichtsystemen mit der konventionellen und der ortsauflösten ferromagnetischen Resonanz*, Dissertation an der Ruhr-Universität Bochum, (1997)
- [67] T. Damm, M. Buchmeier, A. Schindler, D.E. Bürgler, P. Grünberg, C.M. Schneider: *Magnetic properties of Fe films and Fe/Si/Fe trilayers grown on GaAs(001) and MgO(001) by ion beam sputter epitaxy*, J. Appl. Phys., **99**, 093905, (2006)
- [68] M. Zöfl, M. Brockmann, M. Köhler, S. Kreuzer, T. Schweinböck, S. Miethaner, F. Bensch, G. Bayreuther: *Magnetic films epitaxially grown on semiconductors*, J. Magn. Magn. Mater., **175**, 16, (1997)
- [69] W. Kipferl, M. Dumm, M. Rahm, G. Bayreuther: *Thermal spin excitations in epitaxial Fe nanostructures on GaAs(001)*, J. Appl. Phys., **93**, 10, 7601, (2003)
- [70] J.B. Malherbe, W.O. Barnard, I.LeR. Strydom, C.E. Louw: *Preferential Sputtering of GaAs*, Surf. and Interface Analysis, **18**, 7, 491, (1992)

- [71] D.E. Bürgler, C.M. Schmidt, J.A. Wolf, T.M. Schaub, H.-J. Guntherodt: *Ag films on Fe/GaAs(001): from clean surfaces to atomic Ga structures*, Surf. Sci., **366**, 295, (1996)
- [72] R. Waser (Hrsg.): *Nanoelectronics and information technology*, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim, (2003)
- [73] R. Koch: *Magnetoelastische Kopplung in epitaktischen Dünnschichten*, 30. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich: Magnetische Schichtsysteme, (1999)
- [74] B.D. Cullity: *Introduction to magnetic materials*, Addison-Weasley, Reading, MA, (1992)
- [75] J.J. Krebs, B.T. Jonker, G.A. Prinz: *Properties of Fe single-crystal films grown on (100)GaAs by molecular-beam epitaxy*, J. Appl. Phys., **61**, 2596, (1987)
- [76] A. Filipe, A. Schuhl, P. Galtier: *Structure and magnetism of the Fe/GaAs interface*, Appl. Phys. Lett., **70**, 129, (1997)
- [77] M. Gester, C. Daboo, R.J. Hicken, S.j. Gray, A. Ercole, J.A.C. Bland: *Continuous evolution of the in-plane magnetic anisotropies with thickness in epitaxial Fe films*, J. Appl. Phys., **80**, 347, (1996)
- [78] S. Iwatsubo, T. Takahashi, M. Naoe: *Effect of surface roughness on magnetic properties of Fe films deposited by dual ion beam sputtering*, Thin Solid Films, **343-344**, 67, (1999)
- [79] M. Doi, B.R. Cuenya, W. Keune, T. Schmitte, A. Nefedov, H. Zabel, D. Spoddig, R. Meckenstock, J. Pelzl: *Magnetic and structural properties of epitaxial Fe films on GaAs(001) and interfaces*, J. Magn. Magn. Mater., **240**, 407, (2002)
- [80] M. Buchmeier, D.E. Bürgler, P.A. Grünberg, C.M. Schneider, R. Meijers, R. Calarco, C. Raeder, M. Farle: *Anisotropic FMR-linewidth of triple-domain Fe layers on hexagonal GaN(0001)*, Phys. Stat. Sol (a), 1-6, (2006)

- [81] B. Heinrich, J.F. Cochran: *Ultrathin metallic magnetic films: magnetic anisotropies and exchange interactions* Adv. in Phys, **42**, 5, 523, (1993)
- [82] Z. Frait, D. Fraitova: *Ferromagnetic Resonance and Surface Anisotropy in Iron Single Crystal*, J. Magn. Magn. Mater, **236**, 339, (1980)
- [83] B. Heinrich, K.B. Urquhart, A.S. Arrott, J.F. Cochran, K. Myrtle, S.T. Purcell: *Ferromagnetic-resonance study of ultrathin bcc Fe(100) films grown epitaxially on fcc Ag(100) substrates*, Phys. Rev. Lett., **59**, 1756 (1987)
- [84] J.F. Cochran, J.M. Rudd, M. From, B. Heinrich, W. Bennett, W. Schwarzacher, W. F. Egelhoff: *Magnetic anisotropies in ultrathin fcc Fe(001) films grown on Cu(001) substrates*, Phys. Rev. B, **45**, 4676, (1992)
- [85] M. Buchmeier: *Magnetische Schichtsysteme: Veränderung statischer und magnetischer Eigenschaften durch starke Zwischenschichtaustauschkopplung*, Dissertation an der Universität zu Köln, (2003)
- [86] A. Chaiken, R.P. Michel, M.A. Wall: *Structure and magnetism of Fe/Si multilayers grown by ion-beam-sputtering*, Phys. Rev. B, **53**, 9, 5518, (1996)
- [87] L. Pohlmann: *Experimente zum Einfluss elektrischer Spannung auf die magnetische Kopplung in Fe/Si/Fe-Dreilagensystemen*, Dissertation an der Universität zu Köln, (2005)
- [88] L. Wang, B. You, S.J. Yuan, J. Du, W.Q. Zou, A. Hu, S.M. Zhou: *Coercivity enhancement in exchange-biased ferromagnet/FeMn bilayers*, Phys. Rev. B, **66**, 184411, (2002)
- [89] S.J. Yuan, L. Wang, S.M. Zhou, M. Lu, J. Du, A. Hu: *Magnetization dependence of training effect of exchange coupling in ferromagnet/FeMn bilayers*, Appl. Phys. Lett., **81**, 18, 3428, (2002)
- [90] H. Dassow: *Strominduziertes magnetisches Schalten von einkristallinen Eisenschichten*, Dissertation an der Universität zu Köln, (2005)

Danke!

An dieser Stelle ein herzliches Danke an alle, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben! Ein besonderer Dank gilt:

Herrn Professor Dr. Claus M. Schneider, für die Möglichkeit, meine Arbeit an seinem Institut durchzuführen, für die sehr interessante Aufgabenstellung und die Betreuung;

Herrn Dr. habil. Daniel E. Bürgler, für die Betreuung, die Durchsicht dieser Arbeit, sowie für die geduldige Beantwortung aller meiner Fragen;

Herrn Dr. Thorsten Damm danke ich ganz herzlich für die ausführliche Einführung in die Welt des Ionenstrahlsputters, für die Geduld mir Sachverhalte verständlich zu erklären, wenn es sein musste auch zweimal und die vielen Aufmunterungen wenn „unsere“ Anlage mal wieder nicht das tat, was sie sollte;

Herrn Franz-Josef Köhne, für die große Unterstützung bei allen technischen Problemen, der Installation der neuen Probenheizung, den vielen Vakuumkoffertransporten in den Keller und die Geduld bei den 101 Proben-Rettungs-Maßnahmen;

Herrn Dr. Matthias Buchmeier, für seine hilfreiche Unterstützung bei den FMR-Messungen, sowie für sein ausgeklügeltes Simulationsprogramm MOKESIM;

Herrn Dr. Frank Matthes für die Einführung ins STM in Dresden, für die vielen spontanen Hilfsaktionen im STM-Keller und die Durchsicht dieser Arbeit;

Herrn Bernd Küpper für die interessanten und lehrreichen Stunden im STM-Kellerlabor;

Herrn Dr. Henning Dassow und Herrn Dr. Lars Pohlmann für die Strukturierung meiner Fe/MgO/Fe-Proben;

Frau Dr. Diana Rata für das Annealing meiner Proben und die netten Gespräche;

Herrn Dr. Heiko Braak für die Unterstützung bei den SQUID-Messungen und die interessanten Gespräche über dies und das;

Herrn Heinz Pfeiffer aus der Elektronikwerkstatt, für seine Fähigkeit alle defekten Geräte wieder zum Leben zu erwecken und so immer wieder Messungen ermöglicht hat;

dem gesamten Institut „elektronische Eigenschaften“, bin ich dankbar für die lehrreiche Zeit, die interessanten Gespräche und die spannenden Kaffeepausen;

meiner Kollegin und Freundin Martina Müller für die hervorragende Atmosphäre, die vielen aufmunterten Worte, die netten Schwätzchen und die Durchsicht dieser Arbeit;

meinen Freunden Dörte Junk und Christian Bayer für das Korrekturlesen dieser Arbeit;

meinen Eltern für Ihre Unterstützung während meines Studiums, in der Promotion und vor allem in den letzten Monaten;

meinem Mann Felix, der mich während den drei Jahren unterstützt und besonders im letzten halben Jahr immer wieder aufgebaut und ermutigt hat.

Teilpublikation und Tagungsbeiträge

Magnetic properties of Fe films and Fe/Si/Fe trilayers grown on GaAs(001) and MgO(001) by ion beam sputter epitaxy,

J. Appl. Phys., **99**, 093905, (2006)

T. Damm, M. Buchmeier, A. Schindler, D.E. Bürgler, P. Grünberg, C.M. Schneider

Sputterepitaxie von Fe(001) und Fe/Si/Fe(001) auf GaAs(001) und MgO(001) Substraten

T. Damm, A. Schindler, M. Buchmeier, D. E. Bürgler, P. Grünberg, C. M. Schneider

Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Regensburg 2004

Rastertunnelmikroskopische Charakterisierung von ionenstrahlgesputtertem Fe(001) auf GaAs(001)

A. Schindler, T. Damm, D. E. Bürgler, C.M. Schneider

Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Berlin 2005

Characterisation of ion beam sputtered Fe/MgO/Fe magnetic tunnel junction

A. Steeb, H. Dassow, D. Rata, F. Köhne, D. E. Bürgler, C. M. Schneider

Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Dresden 2006

Magnetic properties of Fe films and Fe/Si/Fe trilayers grown on GaAs(001) and MgO(001) by ion-beam sputter epitaxy

Thorsten Damm,^{a)} Matthias Buchmeier, Alexandra Schindler, Daniel E. Bürgler,^{b)} Peter Grünberg, and Claus M. Schneider

Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich GmbH, D-52425 Jülich, Germany and Center of Nanoelectronic Systems for Information Technology (CNI), Forschungszentrum Jülich GmbH, D-52425 Jülich, Germany

(Received 5 April 2005; accepted 23 March 2006; published online 15 May 2006)

We grow monocrystalline Fe(001) films and Fe/Si/Fe(001) trilayers by ion-beam sputter epitaxy on GaAs(001) and MgO(001) substrates. Ion-beam sputtering parameters such as substrate presputtering time, substrate temperature, beam voltage, and target angle are optimized for 10-nm-thick Fe(001) films with respect to epitaxial growth and magnetic properties. *In situ* low-energy electron diffraction patterns confirm the epitaxial and monocrystalline nature of the sputtered films, surprisingly even on untreated and thus oxidized substrates. The magneto-optical Kerr effect and ferromagnetic resonance are employed to investigate the magnetic properties, and the structural properties are characterized by atomic force microscopy and x-ray reflectivity measurements. Using the optimized set of parameters that yields the best magnetic properties for single Fe films on GaAs, we deposit epitaxial Fe/Si/Fe(001) structures and observe antiferromagnetic interlayer exchange coupling for epitaxially sputtered Fe/Si/Fe(001) trilayers on GaAs(001). The total coupling strength reaches values of up to 2 mJ/m² at a Si thickness of 15 Å. © 2006 American Institute of Physics. [DOI: 10.1063/1.2197034]

I. INTRODUCTION

Spintronics has recently become a very intensely discussed topic in the solid state physics community. The use of the spin degree of freedom of the electron in addition to its charge in spintronic devices promises additional functionalities,¹ increased data processing speed, less power consumption, and increased integration densities.² A key issue is the injection of spin polarized currents into semiconductors. The Fe/GaAs(001) system has been discussed as a candidate for spin injection right from the beginning¹ and was recently shown to exhibit a spin injection efficiency of 2% at room temperature in epitaxial samples grown by molecular beam epitaxy (MBE).³

Pioneering work on the epitaxial growth of Fe on GaAs(001) was performed by Krebs *et al.*⁴ in 1987 by extending the MBE technique from semiconductors to metals. The epitaxial growth of this system is not restricted to MBE but can also be achieved by techniques employing sputtering,^{5–11} which is the commonly used thin film deposition method in industry. The main interest of the studies mentioned above was on growth quality and magnetic properties with respect to substrate temperature and sputter geometry, but there are more parameters one can vary to influence the film growth. Especially the ion-beam sputtering technique is a powerful tool in this respect, since the sputtering parameters can be varied nearly independently over large ranges. The first part of this work deals with the growth optimization of 10-nm-thick, monocrystalline iron layers. In

the second part we show results of epitaxially sputtered substrate/Fe/Si/Fe systems with strong antiferromagnetic interlayer exchange coupling as a further demonstration of the good film and interface quality.

II. EXPERIMENTAL PROCEDURES

The main focus of this work is to optimize the quality of an Fe layer which we deposit directly onto the substrate with respect to structural and magnetic properties. Therefore, the growth of 10-nm-thick Fe films on GaAs(001) and MgO(001) is first studied as a function of the following successively varied sputtering parameters: substrate presputtering time t , beam voltage U_{beam} , sputtering gas pressure p , substrate temperature T , and target angle φ (Table I). The optimized set of parameters leading to good epitaxy, smooth surfaces, and good magnetic properties is then used to grow Fe/Si/Fe trilayers with varying Si interlayer thickness.

The ion-beam sputtering system is ultrahigh vacuum (UHV) compatible and reaches a base pressure better than 10^{−9} mbar. A sample transfer allows to bring the samples to attached analysis chambers where low-energy electron diffraction (LEED) and x-ray photoemission spectroscopy (XPS) measurements can be performed *in situ*.

GaAs(001) and MgO(001) substrates of 10×10 mm² size are mounted without any preceding treatment at the same radius on a 4-in.-diameter sample holder. Rotation of the substrate holder at 5–8 rpm guarantees identical thicknesses of the films in one run. The sputtering rate is kept constant at 0.3 Å/s. The sputtering system is equipped with a 2 in. rf ion gun, which is aligned towards the target (sputter gun) and a 4 in. electron cyclotron resonance (ECR) gun,

^{a)}Present address: Sensitec naomi GmbH, Mainz, Germany. Electronic mail: thorsten.damm@naomi-mainz.de

^{b)}Electronic mail: d.buergler@fz-juelich.de

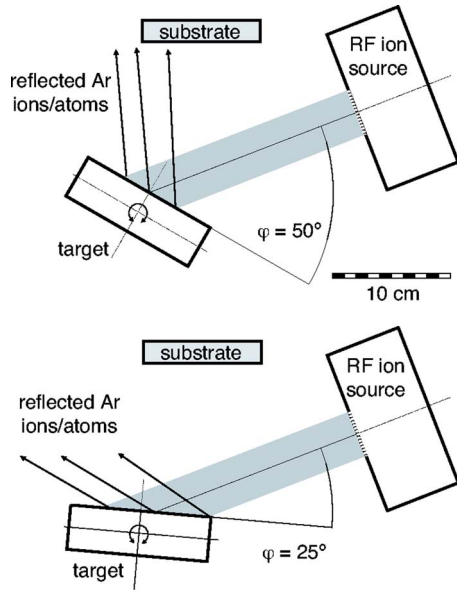


FIG. 1. Sputtering geometry for the two target angles $\varphi=25^\circ$ and 50° . The assist gun is not shown for clarity.

which is aligned towards the substrate (assist gun). The sputtering geometry is shown in Fig. 1. The targets can be rotated (target angle φ) about the axis perpendicular to the incident ion beam and parallel to the plane of the substrate in order to vary the orientation of the sputter plume and the influence of reflected ions (or atoms after neutralization) on the growing film.⁷ The average target-to-substrate distance (measured from target center to substrate center) is 13 cm and therefore of the same order of magnitude as the mean free path for our typical sputtering gas pressure of 10^{-3} - 10^{-4} mbar. We use an Fe and a Si target with a purity of 99.95% and 99.999%, respectively. In order to prevent a charging of the Si target due to the bombardment with positive Ar ions, a beam-switch electronics is used. It allows to pulse the ion beam with frequencies between 1 and 20 kHz with varying duty cycles. During the periods of no ion acceleration the sputter gun's grid voltages can be inverted, so that electrons are extracted from the plasma. This broad electron beam hits the target and neutralizes any positive surface charge. Furthermore, this beam-switch electronics can also be used to influence the deposition rate without changing any other sputtering parameter. The film thicknesses are monitored by a quartz crystal microbalance.

Atomic force microscopy images are taken *ex situ* in tapping mode using a multimode scanning probe microscope (SPM) from Digital Instruments. We employ a Bruker-AXS

TABLE I. Variation of the sputtering parameters: substrate presputtering time t , substrate temperature T , beam voltage U_{beam} , and sputtering gas pressure p .

t (s)	T (°C)	U_{beam} (kV)	p (mbar)
0–200	225	0.75	10^{-3}
15	25–300	0.75	10^{-3}
15	225	0.30–1.30	10^{-4}



FIG. 2. LEED pattern of a GaAs(001) surface taken at an electron energy of 108 eV after 15 s presputtering at $T=225^\circ\text{C}$, $U_{\text{beam}}=0.30$ kV, and $I_{\text{beam}}=30$ mA. The spots are remarkably sharp, and the pattern does not indicate any surface reconstruction.

diffractometer with Cu $K\alpha$ radiation for low-angle x-ray reflectivity (XRR) measurements. Magneto-optical Kerr effect (MOKE) experiments are performed in the longitudinal geometry with the field applied along Fe(001) $\langle 100 \rangle$. Ferromagnetic resonance (FMR) is observed by inserting a 2×2 mm² sample piece in a cylindrical resonator with adjustable length. The cylinder axis is in the sample plane. A stepper motor allows to rotate the sample about its surface normal. The static external field is applied perpendicular to both the rotation axis and the cylinder axis. In this way we can perform angle-dependent FMR measurements to determine magnetic in-plane anisotropies. The high frequency excitation (typically 8 GHz) is generated by a network analyzer and coupled to the resonator via an antenna, which simultaneously acts as a receiver to measure the reflection coefficient.

III. RESULTS AND DISCUSSION

A. Substrate preparation

The oxide and contamination layer on the GaAs and MgO substrates are removed by presputtering the substrates at the standard substrate temperature of $T=225^\circ\text{C}$ with the Ar ion beam of the assist gun. The beam energy is $U_{\text{beam}}=0.30$ kV, and the beam current $I_{\text{beam}}=30$ mA corresponds to a current density at the position of the substrate of the order of 0.3 mA/cm². The amount of remaining oxygen on GaAs after different presputtering times t is calculated from XPS spectra by comparing the O-1s and Ga-3d peaks after different presputtering times t [Fig. 4(b)]. The oxygen signal decreases by a factor of 40 and drops below the detection limit of less than 1% after 15 s presputtering.

Untreated samples do not show a LEED pattern demonstrating that the oxide and contamination layers formed due to air exposure are disordered. However, after 5 s of presputtering, LEED spots appear and show the expected pattern for a cubic system (an example for 15 s presputtering is shown in Fig. 2). It is noteworthy that in contrast to removing the oxygen by heating (as usually done for MBE growth, e.g., Refs. 12 and 13), sputtering GaAs at $T=225^\circ\text{C}$ leads to a

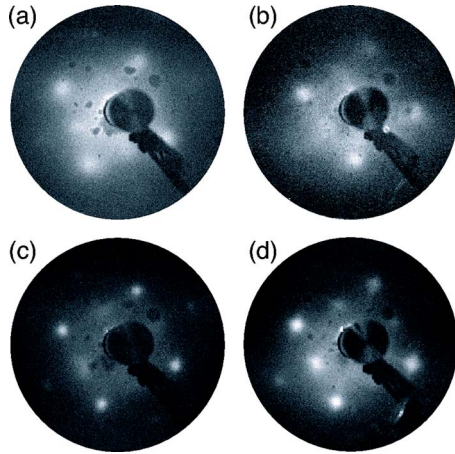


FIG. 3. LEED patterns of 10 nm Fe on (a) untreated GaAs, (b) presputtered GaAs(001), (c) untreated MgO, and (d) presputtered MgO(001). The presputtering time for (b) and (d) is $t=15$ s. Patterns are taken at 107 and 110 eV for Fe on GaAs and Fe on MgO, respectively.

nonreconstructed surface. For presputtering times of 40 s and longer, no LEED spots can be found indicating that the prolonged bombardment of the wafer with Ar ions destroys the crystallinity at the surface.

B. Single Fe films

Starting from a predefined standard set of sputtering parameters, 10 nm Fe is deposited on GaAs(001) and MgO(001) substrates and then the sputtering conditions are systematically varied as summarized in Table I. The standard parameters are $U_{\text{beam}}=0.75$ kV, $T=225$ °C, $p=1.8 \times 10^{-3}$ mbar, $t=15$ s, and $\varphi=50^\circ$. The sputtering rate for all iron films is kept constant at 0.3 Å/s.

1. Variation of presputtering time

LEED data of the Fe films clearly prove that monocrystalline and epitaxial growth is achieved for *all* of the chosen presputtering times, even when the substrate does not show a LEED pattern, e.g., for no ($t=0$ s) or very long ($t=200$ s) presputtering. Figure 3 shows LEED patterns of 10-nm-thick Fe films grown on both substrate types in the untreated ($t=0$ s) and presputtered ($t=15$ s) state. We observe in all cases a square lattice with lattice constants corresponding to a (001) surface of bcc Fe. The Fe films grown on MgO(001) show slightly superior quality. The appearance of clear reciprocal lattices proves the monocrystallinity of the Fe films, whereas the orientation of the lattice with respect to the substrate crystal axes (determined from LEED patterns or the edges of the substrates) reveals the following epitaxial relationships: $\text{Fe}(001)\langle 100 \rangle \parallel \text{GaAs}(001)\langle 100 \rangle$ and $\text{Fe}(001)\langle 100 \rangle \parallel \text{MgO}(001)\langle 110 \rangle$. Figure 4(a) depicts the dependence of the coercive field H_c on the substrate presputtering time t for 10-nm-thick Fe for both substrate types. Fe films on MgO are magnetically softer than on GaAs indicating a better growth quality on MgO. The coercivity increases monotonously with t , and the lowest coercivity for both substrates is found for $t=0$. This means that—surprisingly—the growth on untreated, oxidized substrates is better than on presputtered ones. The evolution of the root-mean-square

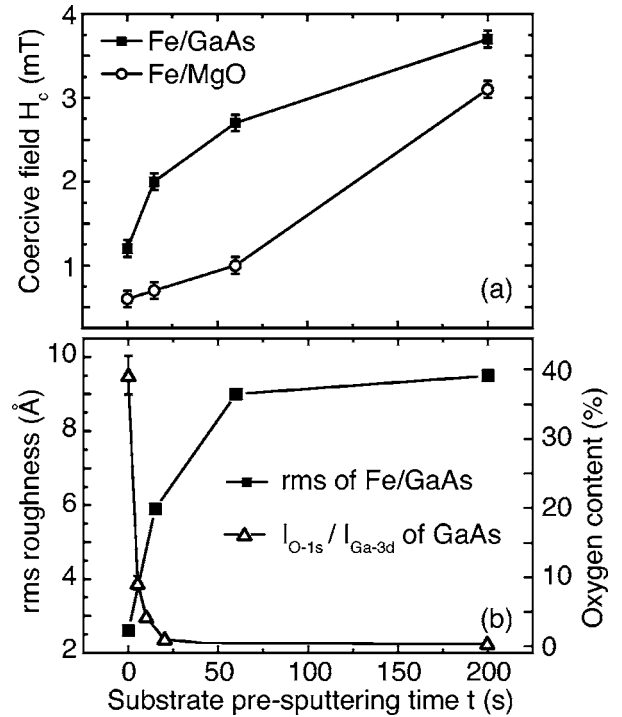


FIG. 4. (a) Coercive fields derived from MOKE measurements and (b) rms roughness derived from $1 \mu\text{m}^2$ AFM pictures of 10-nm-thick Fe films on GaAs (squares) and MgO (circles) substrates as a function of the presputtering time t . Triangles in (b) show the evolution of oxygen content ($I_{\text{O-1s}}/I_{\text{Ga-3d}}$) of GaAs(001) substrates with presputtering time t .

(rms) roughness derived from atomic force microscopy (AFM) measurements with the presputtering time t [Fig. 4(b)] indicates that the cleaning process by ion bombardment roughens the substrate surface. The increased roughness gives rise to a higher density of pinning centers and, thus, the increased coercivity.

Angle-dependent FMR measurements shown in Fig. 5 confirm the MOKE results. For the presputtered GaAs substrate we find in Fig. 5(a) the fourfold magnetocrystalline anisotropy and a superimposed twofold anisotropy with the easy axis at 135° . This uniaxial anisotropy is well known^{4,14} and appears whenever Fe is grown on clean GaAs(001) surfaces irrespective of its reconstruction prior to the deposition.¹⁵ It arises from the (chemical) twofold symmetry of the GaAs(001) surface and is thus a pure interface anisotropy.¹⁶ As the Fe thickness is kept constant in this study, interface and volume anisotropy contributions cannot be separated, and we always state *effective* anisotropy constants for the given Fe thickness of 10 nm. The anisotropy constants and the effective saturation magnetization M_S^{eff} are derived from fitting the FMR data using the standard procedure.^{17,18} We find a twofold anisotropy for all GaAs samples for which the oxide layer is removed by a presputtering treatment [e.g., Fig. 5(a)]. All the more it is surprising that for untreated GaAs substrates as in Fig. 5(b), the uniaxial anisotropy is missing while the fourfold magnetocrystalline anisotropy is still there. Solid lines in Fig. 5 are the fits, and the fitting results are summarized in Table II.

A corresponding angle-dependent FMR measurement of a 10-nm-thick Fe film on untreated MgO is displayed in Fig.

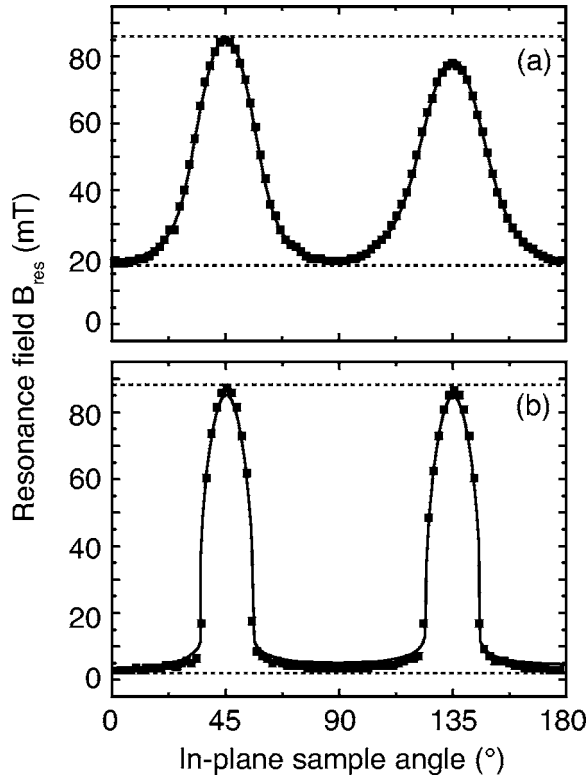


FIG. 5. Angle-dependent FMR measurement of 10-nm-thick Fe films on (a) presputtered GaAs and (b) untreated GaAs. The excitation frequency is 8 GHz. Squares represent data and the solid lines are best fits. At an in-plane sample angle of 0° the external field is parallel to an in-plane easy axis [i.e., Fe(001)(100)], and at 45° it is parallel to an in-plane hard axis of bcc Fe [i.e., Fe(001)(110)].

6(a) and reveals so called “loops.” They are the result of the large magnetocrystalline anisotropy as compared to the low excitation frequency of 8 GHz. The resonance condition is fulfilled only in a small angle range ($\approx \pm 5^\circ$) around the hard axes at 45° and 135°. This behavior is well reproduced by

TABLE II. Effective saturation magnetization M_S^{eff} , effective fourfold magnetocrystalline and uniaxial anisotropy constants, K_1^{eff} and K_u^{eff} , and their ratio $K_u^{\text{eff}}/K_1^{\text{eff}}$ derived from angle-dependent FMR data for 10-nm-thick Fe films grown on GaAs and MgO under conditions deviating from the standard parameters as indicated. The last line gives bulk values (Ref. 19) for comparison.

Deposition condition	M_S^{eff} (10^6 A/m)	K_1^{eff} (10^3 J/m ³)	K_u^{eff} (J/m ³)	$K_u^{\text{eff}}/K_1^{\text{eff}}$ (%)
Fe on GaAs				
Standard	1.10	17.8	1900	11
$t=0$ s	1.26	25.6	190	1
$t=200$ s	0.90	15.4	4200	27
$\varphi=25^\circ$	0.94	12.8	320	3
$U_{\text{beam}}=1.3$ keV	1.19	27.0	1200	4
$T_S=40^\circ\text{C}$	1.59	38.0	3800	10
Fe on MgO				
Standard	1.50	43.3	1770	4
$t=0$ s	1.48	41.9	2600	6
$t=200$ s	1.47	36.1	<100	<1
$T_S=40^\circ\text{C}$	1.48	39.5	1300	3
Bulk bcc Fe	1.71	48.0		

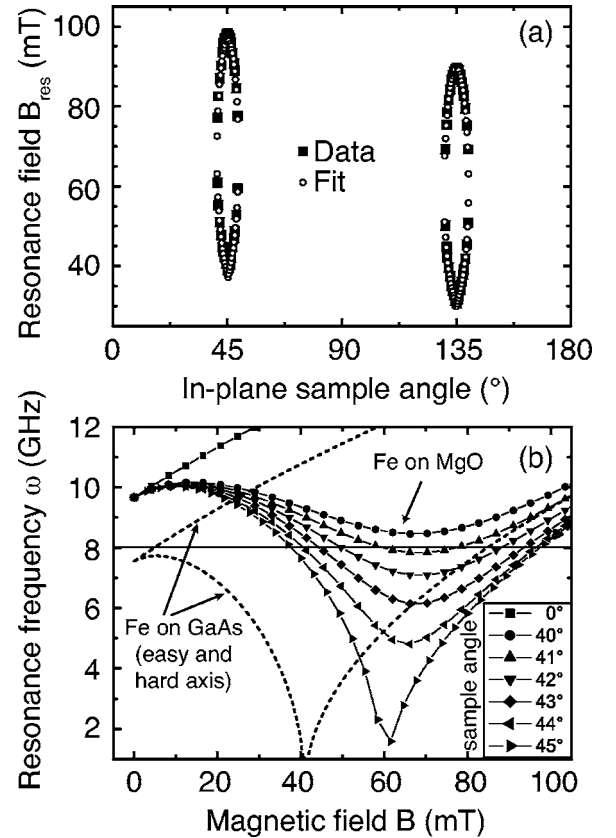


FIG. 6. (a) Angle-dependent FMR measurement of 10-nm-thick Fe films on untreated MgO. The excitation frequency of 8 GHz and the geometry is the same as in Fig. 5. Squares represent data and the circles are best fits. (b) Calculated resonance frequencies for different in-plane sample angles θ for untreated MgO (symbols) and untreated GaAs (dashed) for the explanation of the loops appearing in (a) but not in the curves of Fig. 5.

our fits [circles, Fig. 6(a)] and is explained in Fig. 6(b), where we plot the calculated resonance frequency as a function of the applied field for different in-plane sample angles θ using the film parameters derived from the fit in Fig. 6(a). Parameters for other deposition conditions on MgO are listed in Table II. The resonance condition is fulfilled when in Fig. 6(b) the horizontal line at the chosen excitation frequency of 8 GHz intersects with the calculated lines. This happens only for $\theta > 40^\circ$ but then for each angle at *two* different magnetic fields. The distance of the two resonance fields varies strongly with θ : It is largest when the external field is parallel to the hard axis (i.e., at $\theta=45^\circ$) and becomes zero (meaning that only *one* resonance field exists) somewhere between $\theta \approx 40^\circ$ and 41° . Thus, when plotting the resonance field(s) as a function of the in-plane sample angle θ , loops as in Fig. 6(a) appear.

The dashed lines in Fig. 6(b) represent calculations for Fe on untreated GaAs, using the fitted film parameters from Fig. 5(b). Due to the lower magnetocrystalline anisotropy, for each sample angle θ only one resonance field exists, leading to the curve shape with peaks in Fig. 5(b).

An inspection of M_S^{eff} and K_1^{eff} values in Table II verifies that the quality of Fe on MgO substrates is better than the quality of Fe films on GaAs, as was derived from superior LEED patterns before.

A closer look at the parameters for Fe films on GaAs reveals that Fe films grown on untreated GaAs substrates (entry $t=0$ s in Table II) show a higher saturation magnetization as well as a larger magnetocrystalline anisotropy constant compared to the films grown under standard conditions (i.e., with $t=15$ s presputtering). In agreement with the results of the MOKE hysteresis loops, the Fe films on untreated GaAs substrates seem to have better crystallinity. Obviously, the cleaning process with Ar ions does not only remove the oxide at the surface but also damages the substrate's crystal structure. The effective uniaxial anisotropy constant is found to increase by one order of magnitude when the GaAs substrates are presputtered and reaches values of up to 27% of the fourfold magnetocrystalline anisotropy constant. Thus, the Fe films on untreated GaAs substrates grow—in accordance with the LEED data—as a monocrystalline layer. But they do not significantly experience the twofold symmetry of the bare GaAs(001) surface because the special Fe/GaAs bonding at the interface cannot form with the oxide layer being between them. We also find a weak twofold magnetic anisotropy for Fe films on MgO. The uniaxial anisotropy constant K_u^{eff} never exceeds a few percent of K_1^{eff} and—in contrast to the GaAs case—decreases with longer presputtering time t (Table II). Most likely, this uniaxial anisotropy is related a small miscut of the MgO(001) substrates as reported previously.^{20–22}

Although our data clearly evidence monocrystalline growth of Fe on untreated, oxidized, and contaminated GaAs(001) and MgO(001) substrates, it is up to now not clear in detail what gives rise to the monocrystalline growth in spite of the disordered, oxidized substrates. The previous report²³ of epitaxial growth of Cr and Fe/Cr bilayers with Cr as a buffer and adhesion layer on untreated GaAs(001) did not address this question. One possible explanation could be that holes in the oxide layer exist. Since sputtered particles have an energy of several eV (sputtered atoms have a broad energy distribution with an average energy of the order of 10 eV), they also have a high mobility at the substrate surface, such that they can reach these holes and form growth seeds where crystalline growth nucleates. Several attempts to achieve epitaxial growth on identical, oxidized GaAs wafers by MBE, where atoms arrive at the surface with an energy of the order of 0.1 eV, failed. Thus, it seems that the high particle energy due to the sputtering process is indispensable. High-energetic Fe atoms with energies close to the sputtering threshold (10–30 eV) may help to form the crystalline nuclei.

2. Influence of target angle and beam voltage

Due to the given geometry of sputter gun, target, and substrate in our deposition chamber, it is likely that Ar ions specularly reflected from the target hit the substrate.^{24,25} In order to check the presence of such reflected Ar ions and their influence on the (monocrystalline) growth, we vary the target angle such that possibly reflected Ar ions will not hit the substrate (Fig. 1). Comparing the angle-dependent FMR results of this sample (entry $\varphi=25^\circ$ in Table II) with a sample prepared under standard conditions (i.e., $\varphi=50^\circ$), we find lower values for the magnetocrystalline anisotropy con-

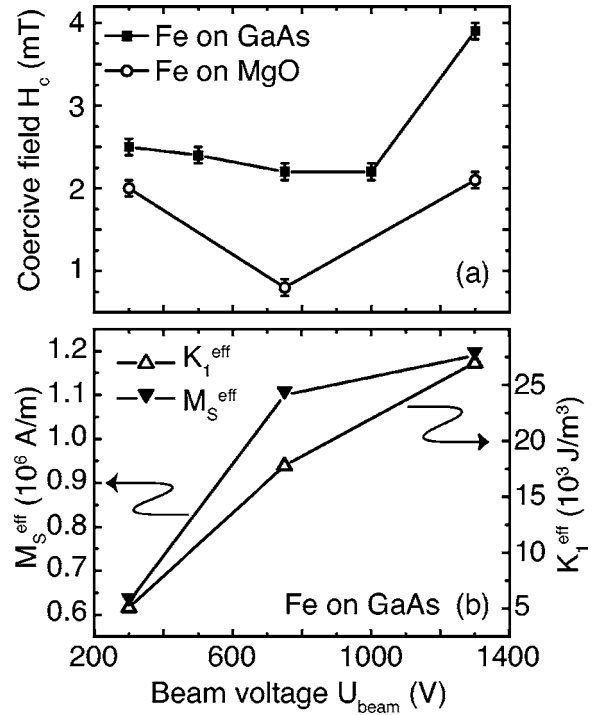


FIG. 7. Coercivity H_c , K_1^{eff} , and M_s^{eff} vs U_{beam} . The data in (b) are from Fe films on GaAs. Varying U_{beam} in the shown range is only possible at a lower pressure range (3×10^{-4} mbar). A higher pressure leads to arcs between the two grids of the sputter gun for $U_{\text{beam}} > 1$ kV.

stant ($K_1^{\text{eff}}=12.8$ kJ/m³) and the saturation magnetization ($M_s^{\text{eff}}=0.94$ MA/m). This clearly demonstrates that reflected Ar ions do exist, and—in contrast to other work^{11,26}—these high-energetic particles support the growth in a positive way. In the standard geometry, the situation is similar to ion-beam assisted deposition,²⁷ where ions of the assist gun bombard the sample while depositing the layer. Being aware of the reflected Ar ions, one expects an influence of the ion energy given by the beam voltage U_{beam} on the growth. Using the simple model from Bernstein *et al.*,⁷ one estimates the reflected particle energy for our geometry to be 10% of the primary ion energy. Figure 7 shows the correlation between U_{beam} and coercivity, magnetocrystalline anisotropy, and effective saturation magnetization, respectively. In order to prevent arcs between the grids of the sputter gun at high voltages, we employ a lower Ar gas pressure of 3×10^{-4} mbar for these measurements. Increasing U_{beam} leads to a better crystallinity as can be seen in the increase of K_1^{eff} and M_s^{eff} (see also entry $U_{\text{beam}}=1.3$ keV in Table II). A low coercivity is obtained at an intermediate beam voltage of $U_{\text{beam}} \approx 800$ V. Very low ion energies do not improve the growth, while high ion energies lead to defects in the film. They act as pinning centers for the magnetization and, therefore, increase the coercivity. In order to check whether the monocrystalline growth on untreated substrates is related to a sputtering effect of the reflected Ar ions, which possibly could remove the oxide, we deposit Fe on GaAs at different target angles φ with and without substrate presputtering. LEED spots (Fig. 8) confirm the monocrystalline growth of Fe on presputtered, clean as well as untreated GaAs at a target angle of $\varphi=25^\circ$, where no ions from the target are

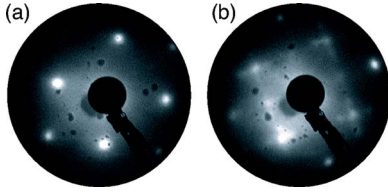


FIG. 8. LEED patterns of 10 nm Fe on (a) untreated, oxidized and (b) presputtered GaAs(001) at a target angle $\varphi=25^\circ$, which prevents a reflection of Ar ions towards the substrate.

reflected towards the substrate. Thus, there is no sputtering of the oxide by reflected Ar ions. An interesting point is that—judging from the LEED spots—the growth on untreated substrates [Fig. 8(a)] is better than in case of substrate cleaning by presputtering [Fig. 8(b)]: Without treatment one finds nice, round spots while presputtering leads to additional spots and intensity around the main spots.

3. Substrate temperature

The substrate temperature turns out to be a very important parameter. While for Fe on MgO epitaxial growth takes place for all temperatures up to 300 °C, polycrystalline growth is found for Fe on GaAs at temperatures higher than 225 °C. XPS spectra of these samples (not shown here) reveal clear peaks for Ga and As, indicating strong interdiffusion of the substrate material and the Fe film. The best results for the growth of Fe on GaAs are achieved at 40 °C, as can be seen from Fig. 9, yielding $K_1^{\text{eff}}=38 \text{ kJ/m}^3$ and $M_S^{\text{eff}}=1.59 \text{ MA/m}$ (entry $T_S=40^\circ\text{C}$ in Table II) very close to the Fe bulk values (last line in Table II). The high growth quality of the Fe film is supported by AFM measurements that reveal one of the lowest rms roughnesses ($\sigma_{\text{rms}}=2.8 \text{ \AA}$) of this study for deposition at 40 °C. The uniaxial effective anisotropy constant $K_u^{\text{eff}}=3800 \text{ J/m}^3$ amounts to about 30% of the value expected based on the result of Moosbühler *et al.*¹⁵ for MBE-grown Fe films on GaAs(001) ($K_u^{\text{Fe/GaAs}}=0.13 \text{ mJ/m}^2$ and our Fe thickness of 10 nm). The lower value arises from the higher disorder and roughness of our substrates after the presputtering process compared to the carefully annealed substrates of Ref. 15.

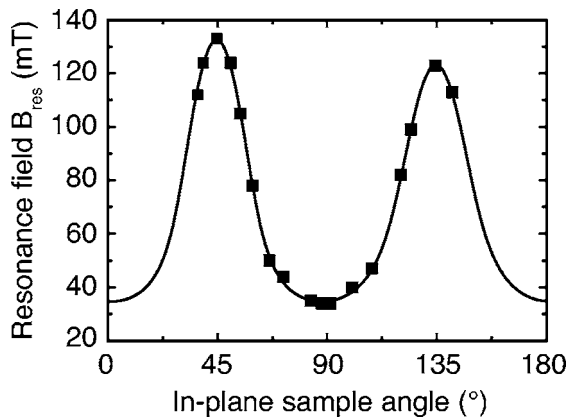


FIG. 9. FMR measurement of 10 nm Fe on GaAs deposited at 40 °C. Squares are the data and the line represents the best fit yielding the magnetic parameters listed as entry $T_S=40^\circ\text{C}$ in Table II.

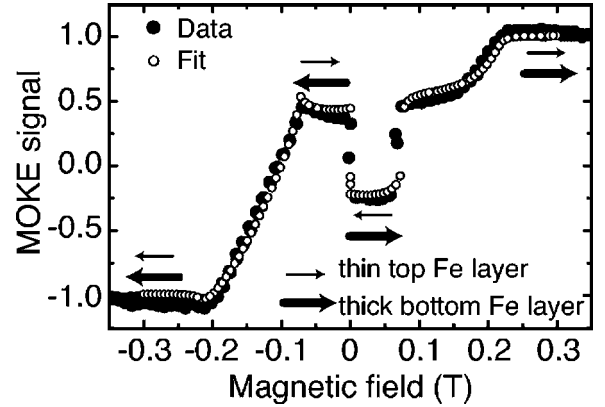


FIG. 10. MOKE loop of a 100 Å Fe/14 Å Si/50 Å Fe trilayer on GaAs. Filled circles represent data and open circles the best fit. The coupling parameters are $J_1=-0.81 \text{ mJ/m}^2$ and $J_2=-0.15 \text{ mJ/m}^2$. The arrows indicate the magnetization directions of the thin, top and thick, bottom Fe layer, respectively.

Very good epitaxial growth at this rather low temperature has not been found in previous work^{6,7} and can be attributed to the reflected Argon ions. As in the case of ion-beam assisted deposition, the additional energy helps to increase the surface diffusion of the deposited particles, mimicking a higher substrate temperature. At other target angles, which prevent the substrate bombardment by reflected argon ions, inferior epitaxial film growth takes place as derived from FMR measurements.

C. Fe/Si/Fe trilayers

Using the sputtering parameters that lead to the best growth of Fe on GaAs (deposition at 40 °C, 15 s presputtering, $\varphi=50^\circ$, $U_{\text{beam}}=0.75 \text{ kV}$, and $1.8 \times 10^{-3} \text{ mbar}$ Ar pressure), a series of substrate/100 Å Fe/ x Å Si/50 Å Fe trilayers with varying Si thickness x is deposited, where substrate stands for GaAs(001) and MgO(001). LEED patterns confirm the monocrystalline and epitaxial growth of the whole trilayer stack. MOKE measurements clearly show the presence of antiferromagnetic interlayer coupling for the trilayers on both substrate types. An example with a GaAs(001) substrate and a Si spacer thickness $x=14 \text{ \AA}$ is shown in Fig. 10. The peculiar shape of the loop with the jump in small fields can be understood by taking into account that the *thinner* top Fe layer contributes *stronger* to the MOKE signal than the thicker bottom Fe layer. The reasons are the limited penetration depth of the laser light and reflections at the Fe/Si interfaces. Additionally, the signal contains strong second order MOKE effects due to a large angle of incidence (only about 15° from the sample normal), which give rise to further asymmetries with respect to zero field. Taking all these effects into account, we are able to well reproduce the MOKE loops (see arrows and circles in Fig. 10) and fit the bilinear and biquadratic coupling constants J_1 and J_2 defined by the phenomenological expression for the areal free energy density of the coupling,

$$E = -J_1 \cos(\Delta\vartheta) - J_2 \cos^2(\Delta\vartheta), \quad (1)$$

where $\Delta\vartheta$ is the angle between the magnetizations of the two ferromagnetic layers. We take into account the in-plane four-

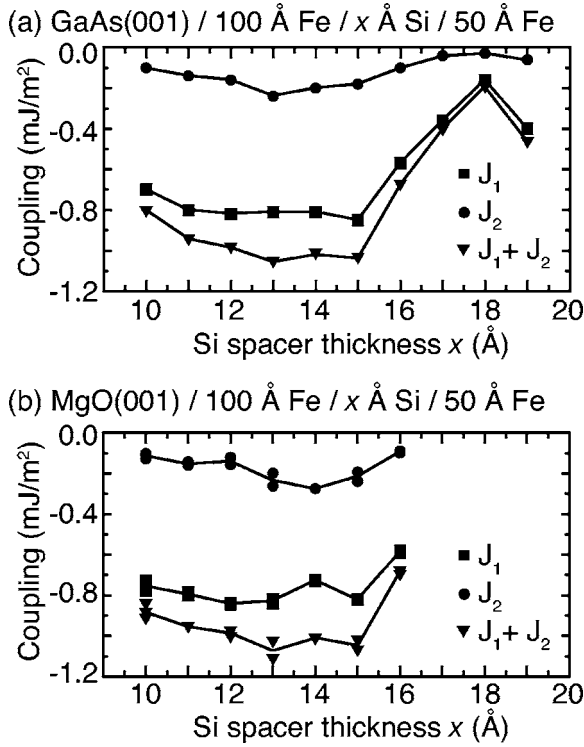


FIG. 11. Spacer thickness dependence of the coupling parameters J_1 , J_2 , and total coupling strength $J=J_1+J_2$ derived by fitting MOKE loops of Fe/Si/Fe trilayers on (a) GaAs and (b) MgO substrates.

fold magnetocrystalline anisotropy, the Zeeman energy, and the possible twisted magnetization state within each ferromagnetic layer.²⁸

The variation of the coupling strengths as a function of the Si spacer thickness x is displayed in Fig. 11 for trilayers grown on GaAs(001) as well as on MgO(001). For both cases, there is no sharp maximum for the total coupling strength $J=J_1+J_2$ but an almost constant value of $|J|$ of the order of 1 mJ/m². This value is well comparable to those typically found for fully metallic systems²⁹ but is clearly smaller than the 6 mJ/m² observed for MBE-grown

Fe/Si/Fe(001) trilayers.³⁰ We relate the reduced coupling strength compared to MBE samples to intermixing at the Fe/Si interface due to the higher energy of the incident particles during the sputtering process. In order to get an idea of the degree of intermixing, we perform XRR measurements of GaAs/Fe/Si bilayer systems. The reflectivity data in Fig. 12 can be fitted best when assuming an Fe-rich FeSi layer at the Fe/Si interface. The thickness of the intermixed region is about 8 Å, i.e., of the order of the Si spacer thickness. Hence, the coupling is not mediated by a Si-rich or even pure Si interlayer but by a possibly metallic FeSi layer consistent with previous studies of sputtered Fe/Si systems^{31,32} and spectroscopic measurements of sputtered Fe/Si multilayers by Carlisle *et al.*³³ A metallic spacer could be the reason for the increase in (bilinear) coupling strength at a Si thickness of 19 Å in Fig. 11(a), which possibly indicates oscillatory behavior of the coupling.

The hypothesis that enhanced intermixing reduces the coupling strength is confirmed in a further experiment, in which we increase the Si deposition rate by a factor of 2 from 0.3 to 0.6 Å/s in order to reduce diffusion and intermixing. Ion-beam sputtering allows us to keep all other sputtering parameters constant. As expected, the antiferromagnetic coupling strength increases. The maximum of the total coupling strength $|J| \approx 2$ mJ/m² at a Si thickness of 15 Å is larger by a factor of 2 and exceeds the coupling strengths previously reported for sputtered Fe/Si/Fe trilayers.^{31,34,35} On the other hand, the coupling strength is similar to those found in sputtered, epitaxial, or polycrystalline Fe/Si multilayers.^{31,32,36–38} Further experiments have to be performed to decrease the intermixing. One possibility is to vary the target angle ϕ , because the high-energetic Ar ions reflected towards the substrate are likely to intensify interdiffusion processes. Alternatively one could use a lower beam voltage to decrease the energy of the reflected particles.

IV. CONCLUSION

We have studied the growth of Fe single layers and Fe/Si/Fe trilayer systems on GaAs(001) and MgO(001) by ion-beam sputtering. Monocrystalline and epitaxial growth is achieved on both substrate types. The magnetic properties of Fe films on MgO substrates are superior to those of Fe films on GaAs. Surprisingly, monocrystalline and epitaxial growth of Fe films with a good quality is also possible on untreated, oxidized GaAs substrates. Our experiments—in particular, the absence of the interface-induced uniaxial anisotropy—clearly show that the oxide layer remains between GaAs and Fe. In this context one could think of spin injection experiments from Fe into GaAs through the native oxide layer, similar to van't Erve *et al.*,³⁹ who demonstrated a high spin injection efficiency in a GaAs/Al₂O₃/Fe system. Using an optimized set of sputtering parameters that lead to the best results for the growth of Fe on GaAs, Fe/Si/Fe(001) trilayer systems are grown and show strong antiferromagnetic interlayer exchange coupling. These results represent a further indication of the high crystalline growth quality achievable by ion-beam sputtering. For the best trilayers we measure a total coupling strength of 2 mJ/m².

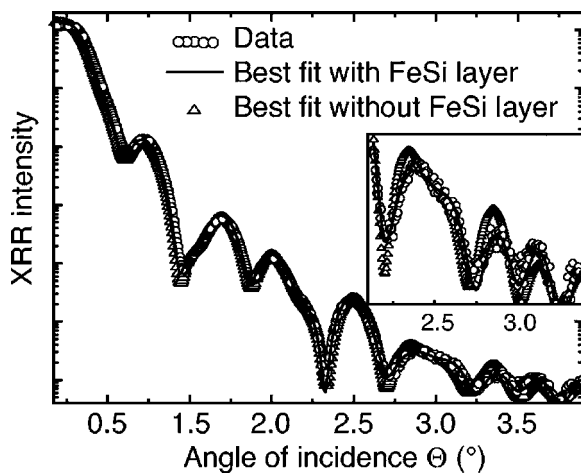


FIG. 12. XRR measurement of a GaAs/100 Å Fe/70 Å Si bilayer system deposited at 40 °C. Open circles represent data points, the solid line is the best fit including an FeSi layer, and triangles show the inferior fit for a sharp interface. The inset shows the magnified high-angle region of the diffractogram.

- ¹S. Datta and B. Das, Appl. Phys. Lett. **56**, 665 (1990).
- ²S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnár, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, and D. M. Treger, Science **294**, 1488 (2001).
- ³H. J. Zhu, M. Ramsteiner, H. Kostial, M. Wassermeier, H.-P. Schönherr, and K. H. Ploog, Phys. Rev. Lett. **87**, 016601 (2001).
- ⁴J. J. Krebs, B. T. Jonker, and G. A. Prinz, J. Appl. Phys. **61**, 2596 (1987).
- ⁵R. W. Tustison, T. Varitimos, J. van Hook, and E. F. Schloemann, Appl. Phys. Lett. **51**, 285 (1987).
- ⁶S. D. Bernstein, T. Y. Wong, and R. W. Tustison, J. Vac. Sci. Technol. A **17**, 571 (1999).
- ⁷S. D. Bernstein, T. Y. Wong, and R. W. Tustison, J. Vac. Sci. Technol. B **12**, 605 (1994).
- ⁸F. Monteverde, A. Michel, Ph. Guérin, and J.-P. Eymery, Surf. Sci. **482–485**, 872 (2001).
- ⁹F. Monteverde, A. Michel, J.-P. Eymery, and Ph. Guérin, J. Cryst. Growth **267**, 231 (2004).
- ¹⁰S. Kreuzer, K. Prügl, G. Bayreuther, and D. Weiss, Thin Solid Films **318**, 219 (1998).
- ¹¹S. D. Bernstein, T. Y. Wong, and R. W. Tustison, J. Appl. Phys. **72**, 4358 (1992).
- ¹²D. E. Bürgler, C. M. Schmidt, J. A. Wolf, T. M. Schaub, and H.-J. Güntherodt, Surf. Sci. **366**, 295 (1996).
- ¹³M. Zölfl, M. Brockmann, M. Köhler, S. Kreuzer, T. Schweinböck, S. Miethaner, F. Bensch, and G. Bayreuther, J. Magn. Magn. Mater. **175**, 16 (1997).
- ¹⁴M. Gester, C. Daboo, R. J. Hicken, S. J. Gray, A. Ercole, and J. A. C. Bland, J. Appl. Phys. **80**, 347 (1996).
- ¹⁵R. Moosbühler, F. Bensch, M. Dumm, and G. Bayreuther, J. Appl. Phys. **91**, 8757 (2002).
- ¹⁶M. Brockmann, M. Zölfl, S. Miethaner, and G. Bayreuther, J. Magn. Magn. Mater. **198–199**, 384 (1999).
- ¹⁷B. Heinrich and J. F. Cochran, Adv. Phys. **42**, 523 (1993).
- ¹⁸M. Farle, Rep. Prog. Phys. **61**, 755 (1998).
- ¹⁹B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials* (Addison-Wesley, Reading, MA, 1972).
- ²⁰B. Degroote, M. Major, J. Meererschaut, J. Dekoster, and G. Langouche, Surf. Sci. **482–485**, 1090 (2001).
- ²¹B. B. Maranville, A. L. Shapiro, F. Hellman, D. M. Schaadt, and E. T. Yu, Appl. Phys. Lett. **81**, 517 (2002).
- ²²M. Rickart, T. Mewes, S. O. Demokritov, B. Hillebrands, and M. Scheib, Phys. Rev. B **70**, 060408 (2004).
- ²³B. Li, J. R. Fermin, A. Azevedo, F. M. de Aguiar, and S. M. Rezende, Appl. Phys. Lett. **72**, 2760 (1998).
- ²⁴X. W. Zhou and H. N. G. Wadley, J. Appl. Phys. **90**, 3359 (2001).
- ²⁵T. R. Lundquist, J. Vac. Sci. Technol. **15**, 684 (1978).
- ²⁶B. Window, J. Vac. Sci. Technol. A **11**, 1522 (1993).
- ²⁷S. Iwatsubo, T. Takahashi, and M. Naoe, Thin Solid Films **281–282**, 484 (1996).
- ²⁸M. Buchmeier, B. K. Kuanr, R. R. Gareev, D. E. Bürgler, and P. Grünberg, Phys. Rev. B **67**, 184404 (2003).
- ²⁹D. E. Bürgler, P. Grünberg, S. O. Demokritov, and M. T. Johnson, in *Handbook of Magnetic Materials*, edited by K. H. J. Buschow (Elsevier, Amsterdam, 2001), Vol. 13, pp. 1–85.
- ³⁰R. R. Gareev, D. E. Bürgler, M. Buchmeier, R. Schreiber, and P. Grünberg, J. Magn. Magn. Mater. **240**, 237 (2002).
- ³¹A. Chaiken, R. P. Michel, and C. T. Wang, J. Appl. Phys. **79**, 4772 (1996).
- ³²E. E. Fullerton, J. E. Mattson, S. R. Lee, C. H. Sowers, Y. Y. Huang, G. Felcher, S. D. Bader, and F. T. Parker, J. Magn. Magn. Mater. **117**, L301 (1992).
- ³³J. A. Carlisle, A. Chaiken, R. P. Michel, L. J. Terminello, J. J. Jia, T. A. Callcott, and D. L. Ederer, Phys. Rev. B **53**, R8824 (1996).
- ³⁴K. Inomata, K. Yusu, and Y. Saito, Phys. Rev. Lett. **74**, 1863 (1995).
- ³⁵Y. Endo, O. Kitakami, and Y. Shimada, J. Appl. Phys. **85**, 5741 (1999).
- ³⁶T. Luciński, M. Kopcewicz, A. Hütten, H. Brückl, S. Heitmann, T. Hempel, and G. Reiss, J. Appl. Phys. **93**, 6501 (2003).
- ³⁷J. Kohlhepp and F. J. A. den Broeder, J. Magn. Magn. Mater. **156**, 261 (1996).
- ³⁸Y. Endo, O. Kitakami, and Y. Shimada, Phys. Rev. B **59**, 4279 (1999).
- ³⁹O. M. J. van't Erve, G. Kioseoglou, A. T. Hanbicki, C. H. Li, B. T. Jonker, R. Mallory, M. Yasar, and A. Petrou, Appl. Phys. Lett. **84**, 4334 (2004).

Erklärung

Ich versichere, dass ich die von mir vorgelegte Dissertation selbständig angefertigt, die benutzten Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben und die Stellen der Arbeit, – einschließlich Tabellen und Abbildungen – die anderen Werken im Wortlaut oder dem Sinn nach entnommen sind, in jedem Einzelfall als Entlehnung kenntlich gemacht habe; dass diese Dissertation noch keiner anderen Fakultät oder Universität zur Prüfung vorgelegen hat; dass sie noch nicht veröffentlicht worden ist, sowie, dass ich eine solche Veröffentlichung vor Abschluss des Promotionsverfahrens nicht vornehmen werde.

Die Bestimmungen dieser Promotionsordnung sind mir bekannt. Die von mir vorgelegte Dissertation ist von Herrn Prof. Dr. C. M. Schneider betreut worden.

Jülich, im Dezember 2006

Alexandra Steeb

Lebenslauf

17.04.1978	geboren in Enkenbach
1984-1988	Grundschule Enkenbach-Alsenborn
1988-1997	Staatliches Gymnasium am Rittersberg, Kaiserslautern
Mai 1997	3. Platz im Bundeswettbewerb „Jugend forscht“
Juni 1997	Abitur (1,6)
Okt. 1997 - Apr. 2003	Studium der Physik an der Universität Kaiserslautern, Spezialisierung während des Hauptstudiums auf Festkörperphysik und Magnetismus
Sept. 2000 - Sept. 2001	Studium an l'université Louis Pasteur Strasbourg mit Abschluss: Maîtrise de physique
Mrz. 2002 - Mrz. 2003	Diplomarbeit an der Universität Kaiserslautern, Titel: „Aufbau eines Kerrmagnetometers zur Messung des longitudinalen magnetooptischen Kerreffektes und dessen Nutzung zur Untersuchung von Ionenbeschussinduzierten Modifikationen der magn. Eigenschaften von austauschver- schobenen Schichtsystemen“
Apr. 2003	Diplom in Experimentalphysik (1,6)
Jul. 2003 - Dez. 2006	Doktorarbeit an der Universität Duisburg, die Arbeiten wurden im Forschungszentrum Jülich, am Institut für Festkörperforschung durchgeführt.